



# Termomechanická analýza kompozitních materiálů s uhlíkovými částicemi

## Diplomová práce

<i>Studijní program:</i>	N3957 – Průmyslové inženýrství
<i>Studijní obor:</i>	3901T073 – Produktové inženýrství
<i>Autor práce:</i>	<b>Bc. Veronika Švecová</b>
<i>Vedoucí práce:</i>	Ing. Miroslava Pechočiaková, Ph.D.





TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC  
Faculty of Textile Engineering ■

# Thermomechanical analysis of composite materials with carbon particles

## Master thesis

*Study programme:* N3957 – Industrial Engineering  
*Study branch:* 3901T073 – Product Engineering  
*Author:* **Bc. Veronika Švecová**  
*Supervisor:* Ing. Miroslava Pechočiaková, Ph.D.





TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI  
Fakulta textilní

Zadání diplomové práce

## Termomechanická analýza kompozitních materiálů s uhlíkovými částicemi

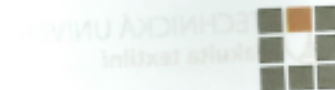
*Jméno a příjmení:* **Bc. Veronika Švecová**  
*Osobní číslo:* T16000109  
*Studijní program:* N3957 Průmyslové inženýrství  
*Studijní obor:* Produktové inženýrství  
*Zadávající katedra:* Katedra hodnocení textilií  
*Akademický rok:* 2017/2018

### **Zásady pro vypracování:**

1. Vypracujte literární rešerši na téma polymery, kompozitní materiály a uhlíkové materiály pro kompozity.
2. Navrhněte a vyrobte sadu kompozitních uhlíkových materiálů z recyklovaných uhlíkových částic upravených plasmou. Vzorke těchto kompozitních materiálů podrobte termomechanické analýze (DSC, DMA, TMA).
3. Naměřená data statisticky vyhodnoťte a výsledky interpretujte. Výsledky diskutujte.

Rozsah pracovní zprávy:  
Forma zpracování práce:

50 – 60 stran  
tištěná/elektronická



**Seznam odborné literatury:**

1. JANČÁŘ, Josef. Úvod do materiálového inženýrství polymerních kompozitů. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2003. ISBN 80-214-2443-5.
2. LEGENDRE, André. Uhlíkové materiály: Od černé keramiky k uhlíkovým vláknům. Praha: Informatorium, 2001. ISBN 80-86073-82-3.
3. MENARD, Kevin P a R PRIME. Dynamic mechanical analysis: a practical introduction. Boca Raton, FL: CRC Press, c2008, xix, 218 p. ISBN 14-200-5312-4.

Vedoucí práce:

Ing. Miroslava Pechočiaková, Ph.D.  
Katedra materiálového inženýrství

Datum zadání práce:

16. dubna 2018

Předpokládaný termín odevzdání:

18. dubna 2019

  
Ing. Jana Drašarová, Ph.D.  
děkanka

V Liberci 7. února 2019



  
doc. Ing. Vladimír Bajzik, Ph.D.  
vedoucí katedry

## Prohlášení

Byla jsem seznámena s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědoma povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tom- to případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že texty tištěné verze práce a elektronické verze práce vložené do IS STAG se shodují.



18. 3. 2019

Bc. Veronika Švecová

## Poděkování

Touto cestou bych především ráda poděkovala mé vedoucí práce, Ing. Miroslavě Pechočiakové, Ph.D. Velké dík jí patří za výborné vedení, konzultace, pomoc při měření a věnovaný čas, který mi poskytla, aby tato práce vznikla. Dále bych chtěla poděkovat Ing. Janě Novotné, za pomoc při výrobě vzorků a odborné rady.

Velké dík patří také firmě SurfaceTreat, a. s., která sídlí v Turnově a umožnila plazmatickou úpravu na mletá recyklovaná uhlíková vlákna. Plazmování provedla Ing. Hana Šourková, které též patří velký dík. A také za její odborné rady a konzultaci.

V další řadě bych chtěla poděkovat svým rodičům, kteří mi umožnili celou dobu studovat a po celou dobu mě ve studiu podporovali. Dále bych chtěla poděkovat svému příteli za oporu a trpělivost během psaní diplomové práce a podporu během celého studia.

Tato práce vznikla za podpory projektu SGS projektu SGS 2019 č. 21308.

## Anotace

Tato diplomová práce se zabývá výrobou sady kompozitních materiálů, které jsou vyhotoveny z mletých recyklovaných uhlíkových vláken s plazmatickou úpravou různé intenzity. Dále tyto kompozitní materiály podrobit termomechanické analýze. Vzorky proměřit na přístrojích DMA, DSC a TMA. DMA je dynamickomechanická analýza, pomocí které se měřil třibodový ohyb. DSC je diferenciální skenovací kalorimetrie a díky ní se získaly hodnoty teploty zesklnění a teploty degradace zkoušených vzorků. TMA je termomechanická analýza, pomocí které se měří rozměrová stabilita.

V první části diplomové práce je uvedená literární rešerše na téma polymery, kompozitní materiály, uhlíkové materiály pro kompozity a plazma.

V druhé části je uveden experiment, ve kterém jsou popsány použité materiály, výroba kompozitních materiálů, metodika měření, naměřené hodnoty, diskuze a závěr.

Cílem je otestovat vliv plazmování na výsledné termické a termomechanické vlastnosti kompozitních materiálů.

**Klíčová slova:** Uhlíková vlákna, kompozitní materiály, DMA, DSC, TMA, plazmatická úprava.

## **Annotation**

This thesis deals with the production of a set of composite materials, which are made of ground recycled carbon fibers with plasma intensity adjustment of different intensity. The set of materials is further investigated by thermomechanical analysis. Samples are measured with DMA, DSC and TMA devices. DMA provides dynamic mechanical analysis used to measure the three point bend. DSC stands for differential scanning calorimetry that has been used to obtain both vitrification temperature values and temperature of degradation for each sample in the set. TMA is a thermomechanical analysis that determines dimensional stability.

The first part of this thesis consists of a background research about polymers, composite materials, carbon materials for composites and plasma.

The second part describes an experiment where these materials have been investigated. Specifically, materials, the development of composite materials and methodologies of measurement are described, followed by results, discussion and conclusion.

The aim is to test the effect of plasma on the resulting thermal and thermomechanical properties of composite materials.

**Key words:** recycled carbon fibers, composite materials, DMA, DSC, TMA, plasma treatment.



# Obsah

Úvod .....	13
1 Literární rešerše.....	14
1.1 Polymery .....	14
1.1.1 Význam, použití a vlastnosti polymerů.....	15
1.1.2 Vazby v polymerech .....	16
1.1.3 Výroba polymerů .....	18
1.1.4 Dělení polymerů podle struktury nadmolekul .....	19
1.1.5 Příspěvky do polymerů .....	20
1.2 Kompozitní materiály .....	20
1.2.1 Matrice – pojivo .....	21
1.2.2 Výztuže .....	22
1.2.3 Dělení kompozitních materiálů .....	22
1.3 Uhlík .....	23
1.3.1 Výskyt uhlíku .....	23
1.3.2 Modifikace (druhy) uhlíku .....	23
1.4 Uhlíková vlákna .....	26
1.4.1 Výroba uhlíkových vláken .....	26
1.5 Tepelné vlastnosti polymerů .....	28
1.5.1 Přechodové teploty polymerů .....	28
1.5.2 Degradace polymerů .....	30
1.5.3 Teplotní roztažnost polymerů .....	30
1.5.4 Tepelná vodivost .....	31
1.5.5 Měrná tepelná kapacita polymerů .....	31
1.6 Termická analýza .....	32
1.7 Plazma.....	32

1.7.1	Výskyt plazmatu .....	33
2	Experimentální část.....	35
2.1	Popis použitých materiálů.....	35
2.1.1	Plazmování uhlíkových vláken .....	36
2.1.2	Výroba kompozitních materiálů.....	37
2.2	Popis použitých metod.....	39
2.2.1	DMA .....	39
2.2.2	DSC.....	43
2.2.3	TMA.....	46
3	Výsledky a diskuze.....	49
3.1	DMA .....	49
3.1.1	1. série DMA.....	49
3.1.2	2. série DMA.....	52
3.1.3	Celkový souhrn obou sérií DMA .....	55
3.2	DSC.....	57
3.2.1	1. série DSC .....	57
3.2.2	2. série DSC .....	59
3.2.3	Celkový souhrn obou sérií DSC.....	61
3.3	TMA.....	63
3.3.1	1. série TMA .....	64
3.3.2	2. série TMA .....	66
3.3.3	Celkový souhrn obou sérií TMA .....	68
3.4	Souhrn výsledků všech metod měření .....	70
4	Závěr.....	72
5	Seznam použité literatury.....	74

## Seznam použitých zkratek a symbolů

Zkratka	Význam
$cp$	měrná tepelná kapacita polymer
DMA	Dynamicko mechanická analýza
DSC	Diferenciální skenovací kalorimetrie
$E'$	reálná část – elastický modul
$E''$	imaginární část – viskozitní část
$E^*$	celkový komplexní modul pružnosti
$h$	tloušťka materiálu
Hz	hertz, jednotka frekvence
konf.	konfidence
LA400	nízkotlakové laboratorní zařízení pro plazmování
$l$	změna délky
$l_o$	počáteční délka
$\Delta l$	přírůstek délky
$m$	hmotnost
Pe	označení čistého vzorku, jen z epoxidové pryskyřice
P0	označení čistého vzorku jen z uhlíkových vláken
P10	označení vzorku s 10 minutovou úpravou plasmy
P20	označení vzorku s 20 minutovou úpravou plasmy
P30	označení vzorku s 30 minutovou úpravou plasmy
P40	označení vzorku s 40 minutovou úpravou plasmy
P50	označení vzorku s 50 minutovou úpravou plasmy
P60	označení vzorku s 60 minutovou úpravou plasmy
P70	označení vzorku se 70 minutovou úpravou plasmy
P80	označení vzorku s 80 minutovou úpravou plasmy
$Q$	teplo
$S$	plocha
$t$	čas
$T_0$	počáteční teplota
$T_l$	konečná teplota
$T_f$	teplota tečení

$T_g$	teplota skelného přechodu
$T_m$	teplota tání
TMA	termomechanická analýza
$Tan_{ud}$	horní úvrat' ztrátového úhlu
$Tan_{dn}$	dolní úvrat' ztrátového úhlu
$V_o$	objem kapaliny
$\varepsilon_{ud}$	horní úvrat' komplexního modulu pružnosti
$\varepsilon_{dn}$	dolní úvrat' komplexního modulu pružnosti
95%IS	95procentní interval spolehlivosti
$\alpha$	délková teplotní roztažnost
$\beta$	objemová teplotní roztažnost
$\lambda$	součinitel tepelné vodivosti

## Úvod

Tím, jak se svět žene kupředu, vyvíjí se i nové materiály, jako i syntetické polymery. Materiály mají řadu skvělých vlastností, ale lidé chtějí stále víc a víc. Proto se snaží vymýšlet nové a lepší materiály, mezi které patří i kompozitní materiály. Kompozitní materiál je takový materiál, který je tvořen ze dvou a více částí. Každá z těchto částí má jiné vlastnosti, jejichž spojením vznikne materiál s lepšími vlastnostmi. Proto se dají použít v mnoha odvětvích jako je například letectví, automobilový průmysl, kosmonautika, vojenský průmysl, strojírenství, stavebnictví a mnoho dalších. Začínajícím problémem je však to, jak naložit s kompozitem po poškození nebo po skončení jeho životnosti. Jednou z možností by například mohlo být pokusit se využít použité materiály ve stávajícím kompozitu recyklací pro výrobu kompozitu nového.

Kompozitních materiálů je více druhů - vláknové, částicové, skeletové. Pro tuto práci byly zvoleny částicové kompozity, které mají tu výhodu, že částice jsou malé a lépe se dispergují po celé matici.

Tato diplomová práce se zabývá navrhnutím a vyrobením kompozitního materiálu, který bude složený z recyklovaných uhlíkových vláken a bude mít plazmatickou úpravu. Takto vyrobené vzorky následně otestovat pomocí termické a termomechanické analýzy, a to na přístrojích DMA, DSC a TMA.

Cílem této práce je se pokusit vyrobit nový vzorek a zjistit, zda plazmatická úprava recyklovaných uhlíkových vláken bude mít nějaký vliv na termomechanické vlastnosti.

Uhlík je snadno recyklovatelný, což je jeho nesporná výhoda oproti neekologickým materiálům. Trendem poslední doby je snaha chránit planetu a tedy co nejvíce materiálů recyklovat. Proto se také recyklovaná vlákna používají stále častěji.

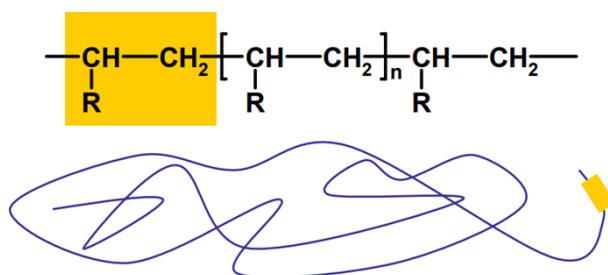
Tento vyrobený kompozitní materiál může být použit například jako kryt, sloužící k elektromagnetickému stínění různých zařízení. Proto je dobré znát, zda plazmatická úprava bude mít vliv na termomechanické vlastnosti.

# 1 Literární rešerše

V první části diplomové práce jsou popsány polymery, kompozitní materiály, uhlík, uhlíková vlákna, tepelné vlastnosti polymerů. Poslední kapitola se věnuje plazmatu.

## 1.1 Polymery

Polymery (viz obrázek č. 1) jsou látky, které jsou složeny z velkého počtu atomů. Atomy jsou vázány chemickými vazbami, především kovalentními, do dlouhých řetězců s velkou molární hmotností. Monomery jsou jednotky, které se pravidelně opakují. V literatuře je můžeme najít i pod názvy jako igelity, bakelity, či gumy, ale většinou je lidé používají nesprávně. Z chemického hlediska je tedy polymer látka, která vznikne polymerací. Což je chemický proces, při kterém se jedna malá molekula, monomer, řetězí sama se sebou v mnoha opakováních, čímž dojde ke vzniku obrovské molekuly, tzv. makromolekuly. Polymerační stupeň udává právě počet opakování této části molekuly. Jestliže je počet opakování menší než 10, molekula se nazývá **oligomer**. Jestliže je množství opakování monomeru v molekule přesně daný, hovoří se o tzv. dinemu (zdvojení monomeru), trimeru (ztrojení), atd. **Kopolymery** jsou tvořeny ze dvou a více se opakujících monomerů. **Homopolymer** je tvořen pouze z jednoho opakujícího se monomeru. [1]



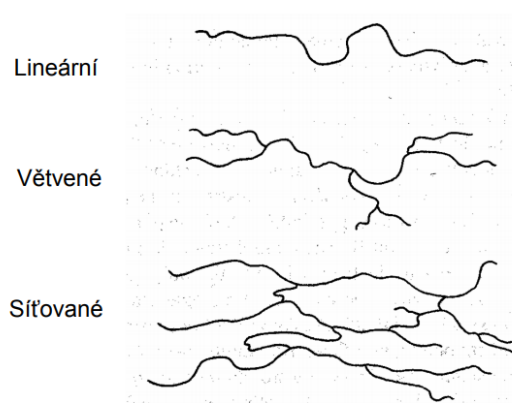
Obrázek 1 – Polymer [2]

Polymery mohou být buď přírodní, tzv. biopolymery, nebo syntetické, uměle vytvořené. Dále se dělí podle tvaru molekuly na polymery lineárně rozvětvené, lineárně nerozvětvené a síťované. Dalším dělením je podle reakce při zvýšení teploty, a to na reaktoplasty a termoplasty. Termoplasty při zahřátí měknou a po ochlazení získávají své původní vlastnosti, jsou dobře rozpustné v organických rozpouštědlech. Reaktoplasty se při zahřátí rozkládají, neboť dochází ke změnám ve struktuře jejich makromolekul, odolávají organickým rozpouštědlům. [1]

**Lineární makromolekuly** (viz obrázek č. 2) se tvoří tak, že jednotlivé opakující se monomery se řadí vedle sebe, jeden vedle druhého. Jsou většinou dobře rozpustné a tavitelné, protože se dobře pohybují makromolekuly, v tuhém stavu se charakterizují dobrou houževnatostí a jako tavenina jsou dobře zpracovatelné. [3]

**Rozvětvené makromolekuly** (viz obrázek č. 2) jsou specifické tím, že z hlavního řetězce se tyčí boční větve. Tím, jak jsou rozvětvené, zhoršují pohyblivost makromolekul, tedy i tekutost v roztaveném stavu. Boční řetězce, které způsobují oddálení sousedních makromolekul, mají za následek pokles mezimolekulárních sil a tím zhoršení většiny mechanických vlastností. [3]

**Zesíťované makromolekuly** (viz obrázek č. 2) mají několik hlavních a bočních řetězců, které jsou mezi sebou provázány a tvoří nekonečnou prostorovou síť. Takovýmto provázáním zaniká možnost tavitelnosti a rozpustnosti polymerů. Polymery jsou velmi tvrdé, tuhé a odolné vůči zvyšování teploty. [3]



Obrázek 2 – Druhy molekulárních řetězců, [2]

### 1.1.1 Význam, použití a vlastnosti polymerů

Polymery se využívají v mnoha odvětvích. Jak ve zdravotnictví, tak i letectví, strojírenství, zemědělství, v kosmonautice, v elektronice a elektrotechnice. Používají se na výrobu kompozitních materiálů, při výrobě nátěrových hmot, lepidel a pryskyřic. [2]

Polymery se začaly vyrábět, aby nahradily přírodní materiály. V roce 1907 L. H. Baekeland vyrobil první umělý polymer, který měl i technické využití. Nazval

ho bakelit. Polymery se využívají především kvůli nízké hmotnosti, kvůli jejich odolnosti jak vůči kyselinám, tak zásadám. Mají dobré elektrické a tepelné vlastnosti, krátkodobě některé snesou až 500 °C. Jejich mechanické vlastnosti závisí na tom, jaký mají polymerační stupeň. [2]

Ale mají i negativní vlastnosti. Nedají se téměř zničit, proto vzniká další odpad, který mikroorganismy nejsou schopny rozložit. Hoří a tím vzniká další problém, kterým je vytváření jedovatých plynů. Dále špatně propouští vodu a plyny.

### **1.1.2 Vazby v polymerech**

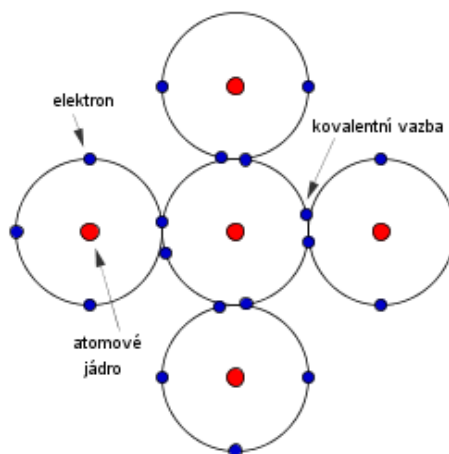
Aby se mohlo určit, jaké vlastnosti daný polymer má, musí se znát jeho struktura, vědět, z jakých atomů či molekul je složen, a jakými vazbami jsou molekuly spojeny. Vazby hodně vypoví o polymeru, o jeho struktuře a výchozích vlastnostech. Nejzákladnější vazby jsou kovalentní vyskytující se v polymerech. Dále existují i nevazebné interakce, patří sem Van der Waalsova síla a vodíkový můstek. Mezi jednotlivými atomy v hlavním řetězci působí silné kovalentní vazby, na jejichž porušení je potřeba vysoká energie. Mezi polymerními řetězci působí kohezní vazby vyvolané vodíkovými můstky resp. van der Waalsovými silami. Meziřetězcové síly jsou sice slabší, než v hlavním řetězci, ale je jich zase více. Zodpovídají za množství tepla potřebného k tání polymeru a interakci s kapalinami resp. plyny. Celková energie mezimolekulového působení zahrnuje jak přitažlivou energii, tak i energii vzájemného odpuzování. [5]

Chemické vazby vznikají a zanikají při chemických reakcích. Při tvorbě chemické vazby se uvolňuje vazebná energie, naopak pro rozštěpení chemické vazby je nutno dodat disociační energii. Energie vazebná a disociační mají stejnou velikost; čím je vazebná (disociační) energie větší, tím je vazba pevnější. Podmínkou vzniku chemické vazby je dostatečné přiblížení atomů, které mají dostatečně vysokou energii a správnou prostorovou orientaci. [4]

### **Kovalentní vazba**

Jak již bylo zmíněno, kovalentní vazba (viz obrázek č. 3) je nejsilnější a hlavní vazbou v polymerech. Kovalentní vazba je vnitromolekulární forma chemické vazby, kterou lze charakterizovat sdílením jednoho nebo více párů elektronů mezi dvěma prvky. Atomy, účastníci se vazby, si tímto způsobem zaplňují valenční vrstvu elektronového obalu. [6]





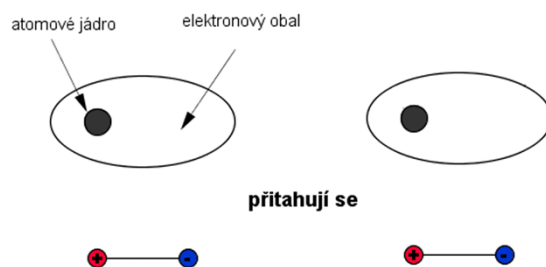
Obrázek 3 – Kovalentní vazba [7]

Látky s kovalentní vazbou se obecně vyznačují slabou rozpustností, vysokou stabilitou a vysokým bodem tání. Jsou nevodivé jak v pevném stavu, tak v roztoku.

Polární vazba je v rozmezí 0,4 až 1,7, nepolární vazba má hodnoty menší než 0,4, iontová vazba má hodnoty větší než 1,7. **Nepolární** vazba se vyskytuje mezi takovými atomy, jejichž rozdílná hodnota elektronegativity je nulová (jde o atomy stejného prvku) nebo je hodnota hodně malá. Mezi oběma vázanými atomy jsou elektrony sdíleny rovnoměrně. Tím vznikají nízké hodnoty bodu tání i varu, a mají velmi nízkou elektrickou vodivost. **Polární** vazby vznikají za předpokladu, že se přitahují atomy stejných prvků. Elektrony se posunují k elektronegativnějšímu prvku, tím vznikne parciální náboj na obou atomech a ty se přitahují. [8]

### Van der Waalsova interakce

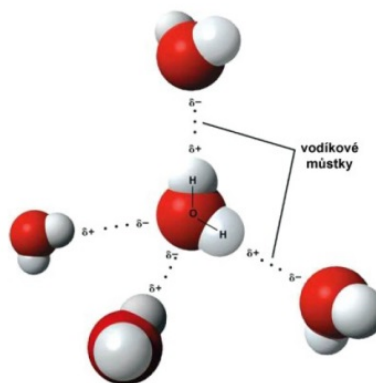
Van der Waalsovy síly (viz obrázek č. 4) jsou slabé interakce působící mezi libovolnými molekulami popřípadě atomy. Jejich velikost závisí na vzájemné vzdálenosti. Jde o přitažlivé a odpuzivé interakce mezi molekulami. Díky pohyblivým elektrickým nábojům mezi dvěma atomy, které jsou u sebe blízko, vzniká slabá vazebná interakce. Ale když se atomy dostanou do těsné vzdálenosti, začnou se odpuzovat. Při velmi těsném přiblížení atomů k sobě vznikne mezi nimi Van der Waalsova interakce. Jde o náhodné rozložení elektronů v kovalentní vazbě a vytvoření chvilkové polární struktury. [9]



Obrázek 4 - Van der Waalsova interakce, [10]

### Vodíkový můstek

Aby vznikl vodíkový můstek (viz obrázek č. 5), musí být splněny dvě podmínky. Za prvé musí existovat volný elektronový pár a druhou podmínkou je přítomnost atomu vodíku. Tím, že volný elektron vodíku je buď úplně přitažen do valenční vrstvy jiného atomu, nebo vodíku, odkryje se jádro vodíku a tím vznikne na vodíku kladný náboj, který přitahuje záporné elektrony ve formě elektronového páru. Tímto dochází k vazbě vysoce elektronegativní molekuly s molekulou s volným elektronovým párem pomocí H můstku. [11]



Obrázek 5 - Vodíkový můstek, [11]

#### 1.1.3 Výroba polymerů

**Polymerace**, též polymerizace, je chemická reakce, při níž z malých molekul, též nazývaných monomery, vznikají vysokomolekulární látky, tzv. polymery. Dochází při ní ke spojování molekul, které mají jednu dvojnou nebo trojnou vazbu. Při polymeraci nedochází ke vzniku dalších látek. Aby tato chemická reakce mohla proběhnout, používají se tzv. iniciátory. Podle toho, jaké iniciátory použijeme, se dělí na reakce radikálové, nebo iontové. [12]

**Polykondenzace** je taková chemická reakce, při níž reagují dva stejné, nebo různé, monomery, které mají dvě nebo více reakčních skupin. Při této reakci nevzniká jen polymer, ale i nízkomolekulární produkt, jakož je například voda, amoniak, či methanol. Tím, že se odštěpí tyto látky, mohou vzniknout nové vazby mezi monomery. [13]

**Polyadice** je reakce, při které nevzniká další vedlejší produkt. Ale přesouvají se celé atomy mezi molekulami v rámci vzniklého polymeru. Jde o stupňovou reakci, kdy z jedné funkční skupiny monomeru se přesune atom vodíku na funkční skupinu druhého monomeru, čímž vznikne nová chemická vazba. [14]

#### 1.1.4 Dělení polymerů podle struktury nadmolekul

Polymery lze rozdělit do dvou základních skupin, a to podle stupně uspořádání. Dělí se na polymery **amorfní** a **krystalické**. Lineární makromolekuly vytváří uspořádanou strukturu, kdežto zesíťované makromolekuly vytváří strukturu neuspořádanou. Takže amorfní a krystalickou nadmolekulární strukturu mohou mít termoplasty, ale reaktoplasty mohou být pouze amorfní. Podle toho, jakou má polymer strukturu, tak se i tak chová. [15]

**Amorfní polymery** jsou uspořádány náhodně a nepravidelně. Makromolekuly zůstávají náhodnými klubky, která jsou vzájemně propletena. Amorfní polymery jsou izotropní, to znamená, že mají ve všech směrech stejné fyzikální vlastnosti (jako jsou mechanické, tepelné, či optické). U Amorfních polymerů je důležitá teplota zesklenní. Pod touto hranicí jsou polymery sklovité a tvrdé, nad touto hranicí jsou kaučukovité, nebo kapalné. Závisí to na molekulové hmotnosti polymerů. Ohebnost řetězců a mezimolekulární soudružnost, jsou hlavní činitelé, které ovlivňují právě zmíněnou teplotu zesklenní. Polymer s malou ohebností řetězců a s nízkou soudružností má nízkou hodnotu teploty zesklenní. [16]

Kdežto **krystalické polymery** jsou uspořádány částečně. Základním morfologickým útvarem jsou tzv. lamely, fibrily. Shluk fibril se nazývá sférolit, který vychází z centra a rozrůstá se do všech svých stran. Krystalické polymery se neúčastní krystalizace celé, ale jen určitým procentem. Zbytek polymeru zůstává amorfní. Proto se též nazývají semikrystalické polymery. Stupeň krystalinity říká, jak je struktura polymeru uspořádaná. Jde tedy o relativní podíl krystalických oblastí ve hmotě. [17]

### 1.1.5 Přísady do polymerů

Pomocí přísad lze změnit chemické, fyzikální i mechanické vlastnosti výsledných polymerů, a to podle potřeby. Mezi základní přísady patří barviva, plniva, stabilizátory, změkčovadla, retardanty.

Plniva se používají, aby se zlepšily mechanické vlastnosti, a to především pevnost v tahu a tlaku, houževnatost nebo odolnost vůči opotřebení. Plniva mohou být o velikosti 10 nm až po makroskopické rozměry. Využívají se převážně materiály, které jsou levné a snižují cenu vyráběného produktu. Jde o materiály různých druhů, například křemenná moučka, písek, jííl, vápenec. [4]

Barviva se přidávají, aby polymer změnil barvu, stabilizátory plní funkci zpomalení degračních procesů, aby se zvýšila životnost polymerů. Retardéry snižují stupeň hoření. Buď snižují rychlost, či popřípadě zastaví hoření úplně. [4]

## 1.2 Kompozitní materiály

Kompozitní materiál, kompozit, je materiál, který vznikne spojením dvou a více složek o různých fyzikálních a chemických vlastnostech. Jejichž spojením vznikne nový materiál s novými a lepšími vlastnostmi, které se kombinují z vlastností výchozích mísených komponent. [18]

Jedna z fází kompozitu je matrice. Jde o fázi spojitou, která drží kompozit pohromadě. Matrice by měla být minimálně jedna, ale může jich být i více. Další fází je výztuž, je nespojitá a měla by být v kompozitu rovnoměrně rozptýlená. [19]

Kompozitní materiály se začaly vyrábět právě kvůli novým vlastnostem. Materiál může být pevnější, tužší, mít menší hustotu. Dále můžou mít lepší tepelnou odolnost, méně hořet a mnoho dalších vlastností, kterých klasické materiály, díky omezené struktuře, nedosáhnou. Ale tím, že se spojí více fází, vzniknou lepší vlastnosti. Tento proces se nazývá synergický efekt. Značná výhoda je, že lze nakombinovat spoustu materiálů s různými vlastnostmi. [18]

### 1.2.1 Matrice – pojivo

Matrice (pojivo výztuže) může být:

- polymerní (reaktoplastická nebo termoplastická)
- kovová
- skleněná
- sklokeramická
- keramická
- uhlíková

Nejen že matrice zaručuje geometrický tvar, ale také má chránit vlákna před okolními vlivy, zajistit geometrické polohy vláken a tvarové stálosti výrobku.

Reaktivní pryskyřice je velká skupina termosetů, která se nejčastěji využívá pro výrobu kompozitních materiálů. Pryskyřice může být buď kapalná nebo tavitelná, která se buď sama nebo za pomoci tvrdidel polyadici nebo polymerací vytvrdí. Toto jsou nejdůležitější reaktivní pryskyřice: nenasycené polyesterové pryskyřice, vinylesterové nebo fenakrylátové pryskyřice, epoxidové pryskyřice, fenolické pryskyřice, metakrylátové a izokyanátové pryskyřice. [20]

V této práci byla použita pouze epoxidové pryskyřice, proto budou jen ony zmíněny v teoretické části.

#### **Epoxidová pryskyřice**

Epoxidová pryskyřice, která se chemicky vytvrzuje, je před tímto procesem buď kapalná anebo pevná látka. Ta obsahuje minimálně jednu epoxidovou skupinu v molekule. Epoxidové pryskyřice jsou velmi viskózní a lepivý materiál. K vytvrzení se používá tvrdidlo, které se přimíchá k epoxidové pryskyřici. Tvrdidlo má v molekule aktivní vodíkové ionty, které reagují s epoxidovými skupinami v pryskyřici. Vytvrzení vzniká chemickou reakcí, kdy mezi jednotlivými molekulami vznikají vazby. Tento nový, zesíťovaný, materiál, je mnohem odolnější vůči teplotám i chemikáliím, a je mnohem tvrdší. [19]

## **Vytvrzování**

Vytvrzení pryskyřice se provádí několika způsoby. Postup je zvolen podle toho, jaký je konečný účel jejího použití. Dále podle toho, jaké je jeho technologie zpracování. Tvrdidlo totiž může ovlivnit fyzikálně chemické vlastnosti vytvrzené pryskyřice. [19]

### **1.2.2 Výztuže**

Jako výztuže se nejčastěji využívají skleněná vlákna, keramická, bórová, čedičová, uhlíková vlákna, kovová a polymerní vlákna. Uhlíková vlákna se používají pro jejich velkou pevnost, modul pružnosti a tepelnou odolnost s nízkou měrnou hmotností. Výztuže se dodávají buď jako vlákna různých délek, či jako tkaniny, pleteniny, nebo rohože. [18]

### **1.2.3 Dělení kompozitních materiálů**

Kompozitní materiály lze dělit do několika skupin. První dělení je podle velikosti fází, a to na makrokompozity, mikrokompozity a nanokompozity. Makrokompozity se používají ve stavebnictví, nejznámější makrokompozit je železobeton, kde železo je zde využito kvůli pevnosti a beton je pojivo. Mikrokompozity mají velikost fází  $10^0$  až  $10^2$   $\mu\text{m}$ . A nanokompozity mají velikost fází v nm. [21]

Dělení mikrokompozitů je stanoveno podle použité matrice. Ta může být polymerní (termosety, termoplasty), kovová (např. slitiny, kovy zpevněné disperzemi, cermety, kovy vyztužené vlákny), uhlíková, skleněná, sklokeramická, keramická. Další hledisko může být geometrické uspořádání nebo struktura vložené fáze. Podle toho rozeznáváme disperzní kompozity (zpěněné kovy), částicové kompozity (partikulární, granulární), částice s pravidelnými tvary nebo nepravidelnými tvary, vláknové kompozity s dlouhými vlákny (většinou uspořádanými) nebo s krátkými vlákny (většinou neuspořádané nebo jen částečně orientované). [21]

#### **1.2.3.1 Částicové kompozity**

Částicové kompozity se dělí na dvě skupiny, a to podle toho, jaká polymerní matrice zde byla použita. Dělí se na termoplasty a termosety.

## Termoplasty

Termoplasty jsou typické tím, že měknou a tekou, když se zvýší teplota. U semikrystalických polymerů jde o teplotu tání, jedná se především o materiály polyester, polypropylen, či polyamid. U amorfních polymerů jde o teplotu skelného přechodu. Když se látky ochladí, vrátí se zpět do pevného stavu. [18]

## 1.3 Uhlík

Uhlík (viz obrázek č. 6), značí se C, je chemický prvek, který tvoří základní stavební kámen všech organických sloučenin. Latinský název uhlíku je carboneum a anglická interpretace je carbon. V periodické tabulce prvků se řadí do nekovů s protonovým číslem 6, a je ve 14. skupině (IV. A). [22]



Obrázek 6 – Uhlík, [23]



Uhlíková mletá vlákna

### 1.3.1 Výskyt uhlíku

V přírodě se uhlík vyskytuje ve formě sloučenin, a to především v horninách, dále jako oxid uhličitý ve vzduchu, ale i jako ropa, či uhlí. V čisté podobě se vyskytuje jako grafit a diamant.

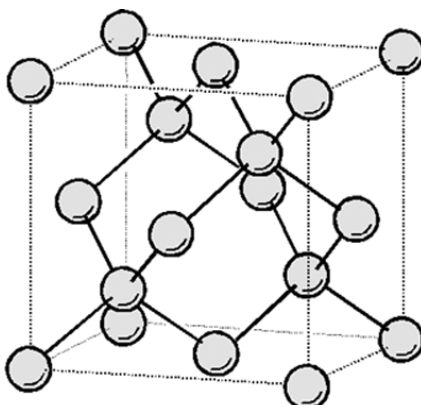
### 1.3.2 Modifikace (druhy) uhlíku

Existuje mnoho druhů uhlíku, ale v práci budou zmíněny tři základní a nejdůležitější druhy.

## Diamant

Diamant je bezbarvý nejtvrďší nerost. Jedná se o nevodič, hořlavý, a je nerozpustný jak ve vodě, tak i v toluenu. Jeho hustota je  $3,511 \text{ g/cm}^3$ . Hmotnost diamantů se udává v karátech,  $1 \text{ karát} = 0,205 \text{ gramu}$ . Přírodních diamantů je velmi málo a jsou drahé, proto se diamanty vyrábí uměle. Diamanty, které nelze zpracovat do šperkařství, se využívají pro vrtání, řezání, či broušení odolných materiálů. Je stabilní při teplotách do  $800 \text{ }^\circ\text{C}$ , při teplotách nad  $1500 \text{ }^\circ\text{C}$  dojde k jeho přeměně z diamantu na grafit. [24]

Mezi atomy uhlíku působí silné kovalentní vazby, proto je neobyčejně tvrdý a málo reaktivní. Diamant vytváří kubickou mřížku. Každý atom uhlíku se váže se čtyřmi sousedními atomy uhlíku (viz obrázek č. 7). V přírodě vznikl vykrytlováním v horninách hluboko pod povrchem, za velmi vysokých tlaků a teplot. [26]



Obrázek 7 - Struktura diamantu, [25]

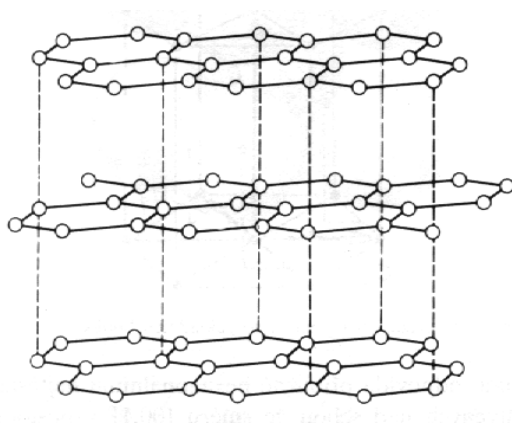
## Grafit (tuha)

Grafit, na rozdíl od diamantu, je šedočerné barvy, je měkký, dobrý vodič. Jeho hustota je  $2,26 \text{ g/cm}^3$ . Ve vodě i toluenu je nerozpustný. Teplota tání grafitu je přibližně  $3700 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Grafit lze snadno štěpit, protože je vrstvený, a jeho struktura je hexagonální, což znamená, že jde o pravidelný šestiúhelník (viz obrázek č 8), jehož strana měří  $0,142 \text{ nm}$ . Vzdálenost rovin od sebe je  $0,335 \text{ nm}$ . Jednotlivé atomy uhlíku jsou spojeny



silnými kovalentními vazbami, a tím vznikne šesterečná síť grafenu, vrstva. Vrstvy mezi sebou jsou provázány slabšími, Van der Waalsovými, silami, tím vzniká 3D struktura grafitu. Každá vrstva vůči další je posunuta o půl hexagonu. [27]



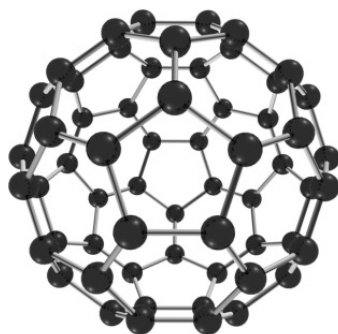
Obrázek 8 - Struktura grafitu, [28]

Tři atomy blízko u sebe jsou sice vázány silnými silami, ale se čtvrtým atomem, který leží v paralelní ploše, už má vazbu mnohem slabší, proto se grafit snadno štěpí. Proto v rovnoběžném směru je štěpnost velmi snadná. [27]

Mohsova stupnice tvrdosti slouží k měření tvrdosti minerálů na stupnici od 1 do 10, kde vyšší číslo znázorňuje vyšší stupeň tvrdosti. Stupnice vyjadřuje schopnost jednoho materiálu rýt do druhého. Diamant tuto stupnici uzavírá, má nejvyšší tvrdost, tudíž číslo 10, kdežto grafit má pouze 1,2. [29]

### Fulleren

Další modifikací uhlíku je fulleren. Nejde o přírodní modifikaci, je vyroben syntetickou cestou, a to zahřátím grafitu na vysokou teplotu. Fulleren (viz obrázek č. 9) má hnědočernou lesklou barvu, je měkký a jeho hustota je  $1,65 \text{ g/m}^3$ , je to polovodič, nerozpustný ve vodě, ale v toluenu rozpustný je, izolant. Fullereny lze získat laserovým odpařováním grafitu, nebo také vznikají mezi grafitovými elektrodami v elektrickém oblouku. Nejznámější z fullerenů je molekula  $\text{C}_{60}$ , která má dokonalý kulovitý tvar. [30]



Obrázek 9 - Struktura fullerenu, [31]

## 1.4 Uhlíková vlákna

Anglicky Carbon fiber, jde o vlákna s extrémně vysokou pevností a tuhostí, ale s nízkou tažností. Uhlíková vlákna mají nízkou hustotu,  $1,6 - 2 \text{ g/cm}^3$ , při zvyšujícím zatížení stoupá hodnota E-modulu. Skládají se z více než 90 % uhlíku,  $< 7 \%$  dusíku,  $< 1 \%$  kyslíku a  $< 0,3 \%$  vodíku. Jejich průměr je v rozmezí 5 až 10  $\mu\text{m}$ . Mají mimořádně vysokou korozní odolnost, což znamená, že neodolávají pouze silně oxidačnímu prostředí. Velmi dobře se snášejí s tělesnými tkáněmi, proto se využívají pro výrobu implantátů (klouby). Samotná uhlíková vlákna jsou velmi křehká, a tudíž se snadno lámou. Proto se využívá povrchová úprava (=sizing) směsí na bázi epoxidové pryskyřice. Ta slouží jako ochrana a vlákna se nelámou. Uhlíková vlákna mají vysokou odolnost vůči dynamickému zatížení. [20]

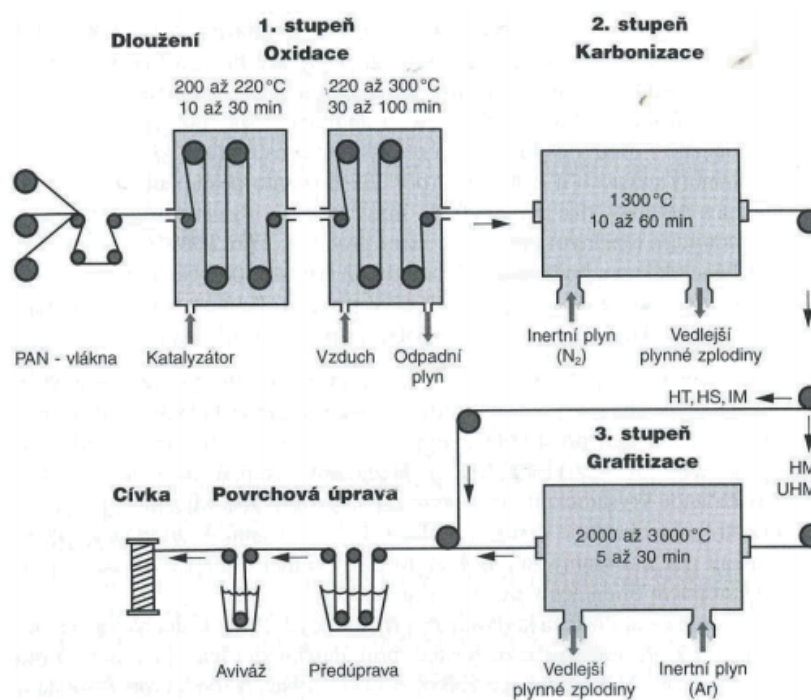
### 1.4.1 Výroba uhlíkových vláken

Pro výrobu uhlíkových vláken se využívá tři suroviny, a to celulózy, polyakrylonitril a smola. Celulóza se přidává kvůli izolačním vlastnostem. Smola je sice drahá, ale ostatní náklady jsou levnější, tudíž je cena ve finále příznivá. Tato vlákna mají dobré tepelné a elektrické vlastnosti a také mají vysokou hodnotu E-modulu, tuhosti. [20]

Průmyslová výroba uhlíkových vláken má dva hlavní postupy výroby. První je využití polyakrylonitrilu jako prekurzoru. Druhý způsob je využití surovin bohatých na uhlík.

## Využití polyakrylonitrilu (PAN)

Ze všeho nejdříve se polyakrylonitril dlouží, aby jeho molekuly byly co nejvíce orientovány ve směru osy vlákna. Dále se zahřeje na teplotu 200 – 300 °C a pod mechanickým napětím se vlákna za přístupu vzduchu stabilizují. Při tomto procesu se PAN přemění na žebříčkovitý polymer v důsledku cyklizace nitrilových skupin. Druhý stupeň výroby spočívá v přeměně na grafitickou strukturu karbonizací v inertní atmosféře při teplotách maximálně do 1600 °C. Tím, že výchozí polymer je silně dloužen při tahovém napětí, uhlíkové vrstvy dosáhnou dobrého usměrnění rovnoběžně s osou vlákna, čímž vznikají vlákna velmi pevná a odolná. Schéma pro výrobu uhlíkových vláken z PAN vláken je vidět na obrázku č. 10. [20]



Obrázek 10 - Schéma výroby uhlíkových PAN-vláken, [20]

## Využití surovin bohatých na uhlík

Pro toto zpracování se využívá smoly na bázi kamenouhelného dehtu nebo dehtů vznikajících při destilaci ropy. Působením teplot nad 350 °C na tyto suroviny vznikne mezofáze, což znamená, že vznikne přechodový stupeň mezi trojrozměrně uspořádanou krystalickou fází a izotropní kapalnou fází. Mezofáze zahrnuje vysoký podíl kapalných

krystalů a je vysoce anizotropní. Při spřádání vznikají z taveniny vlákna s vysokým stupněm orientace v osovém směru za působení hydrodynamických jevů. Následuje stabilizace a karbonizace za teplot až 2000 °C, kdy dochází k přeměně na uhlík. Takto vznikají vlákna s vysokou hodnotou E-modulu, ale je nižší, než pevnost vláken vyrobených z PAN. Ve třetím, posledním stupni, žháním při teplotách až 3000 °C vznikne rekrystalizace, což jsou změny, které jsou umocněny současným dloužením vláken. Grafitizací se vyrábí vlákna uhlíková, která jsou vysokomodulová a s vysoce orientovanou strukturou. Ale jelikož se využívá extrémně vysokých hodnot, jsou vlákna také velmi drahá. [20]

## 1.5 Tepelné vlastnosti polymerů

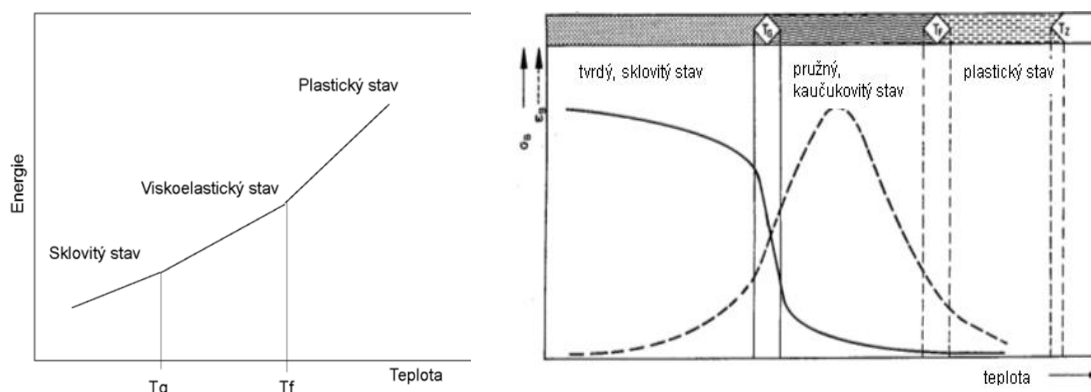
Vlastnosti polymerů jsou závislé především na teplotě. Důležité je znát veškeré vlastnosti každého zkoušeného materiálu, jako je například teplota tání, teplota degradace a další. Je důležité znát tyto vlastnosti jak pro jeho zpracování, tak i pro další použití.

Mezi tepelné vlastnosti polymerů například patří teplotní rozsah použitelnosti polymerů, kdy při zvýšení teploty začnou nastávat chemické změny polymerů. U amorfních polymerů jde o teplotu zesklňování, u semikrystalických o teplotu tání. K dalším vlastnostem patří degradace polymerů, teplotní roztažnost polymerů, tepelná vodivost polymerů, měrná tepelná kapacita polymerů. [32]

### 1.5.1 Přejídné teploty polymerů

Polymery mohou být buď ve stavu pevném, anebo kapalném, nikoli v plynném. Plynný polymer nemůže existovat, protože většinou je bod varu vyšší, než bod, kdy polymer degraduje, takže je polymer zdegradován, než by se vůbec začal vařit. Polymer má tři hlavní stavy, a to sklovitý stav, kaučukový stav a kapalný stav. Mezi těmito stavy jsou ještě přejídné oblasti, kdy se zahřátím polymeru mění vlastnosti skokově (viz obrázek č. 11). Také se jinak stavy jmenují sklovitý, viskoelastický a plastický. Kde  $T_g$  je teplota skelného přejídu,  $T_f$  je teplota tečení a  $T_d$  je teplota degradace. Přejídn z jednoho stavu do druhého je tvořen skoky, jak již bylo zmíněno. Je to dáno změnou energie (skupenské teplo tání, výparné teploty) a nazývají se přejídn 1. řádu. Na

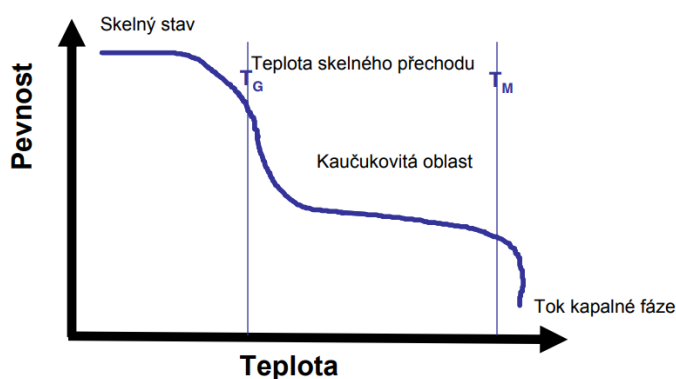
rozdíl od toho přírůstek energie s teplotou je u polymerů i v oblasti  $T_g$  a  $T_f$  plynulý a příslušné přechody označujeme jako přechody 2. řádu. [33]



Obrázek 11 – Přechodové teplotní oblasti polymerů, [34]

Důležitým parametrem amorfních polymerů je teplota skelného přechodu, nebo též teplota zesklenní. A dále je důležitá teplota viskózního toku, teplota tečení polymeru. Jak lze vidět na obrázku č. 12, polymer je pod teplotou zesklenní ve stavu sklovitém, a nad teplotou zesklenní je ve stavu kaučukovitém. Ve skelném stavu je polymer tvrdý a křehký, má vysoký modul pružnosti. Poté se skokem mění na kaučukovitý stav, ve kterém je polymer pružnější. Když se zahřeje ještě víc, dojde až na teplotu tečení. Zde se polymer mění na kapalinu. [33]

Jak již bylo řečeno, pro amorfní polymer je nejdůležitější teplota skelného přechodu, je to totiž taková teplota, do které je polymer ještě použitelný pro zpracování, ale nesmí být u toho namáhán. Když se tato hodnota překročí, polymer se začne deformovat a přichází o své vlastnosti. Zahřátím polymeru dochází ke zvětšení prostoru mezi makromolekulárními řetězci, čím se zvýší jejich pohyblivost. [32]



Obrázek 12 – Teplotní přechody amorfních polymerů [35]

U semikrystalických polymerů jsou stavy stejné, sklovitý, kaučukovitý a tavenina. Ale jsou zde jiné teplotní stupně. Semikrystalické polymery charakterizuje teplota tání, při níž přechází polymer z tuhého stavu do kapalného. Kde v této přechodové oblasti dochází k tomu, že se zde rozpadají krystalické struktury polymeru. Velkou roli zde hraje stupeň krystalinity, což znamená způsob uspořádání makromolekul. Čím je krystalinita vyšší, tím je v něm méně amorfni části, tím jsou změny při skoku výraznější. [33]

### 1.5.2 Degradace polymerů

Polymery po zahřátí měknou či tají. Ale když se polymer zahřeje ještě víc, degraduje, rozpadne se. Jde o nevratný děj. Ale nejde jen o teplotu, polymery mohou degradovat i za jiných podmínek, a to za působení času (stárnou), za působení kyslíku, světelného záření, chemických látek, či mechanického namáhání. Mohou vzniknout tři schémata, jak se polymer degraduje, a to destrukce, depolymerace a degradační síťování. Při **destrukci** se štěpí libovolné vazby v řetězcích polymeru a odštěpují se nízkomolekulární látky, čímž se změní chemické složení polymeru. Při **depolymeraci** se nemění chemické složení, ale štěpí se nízkomolekulární látky, tedy monomery. [36]

### 1.5.3 Teplotní roztažnost polymerů

Teplotní roztažnost znamená, o kolik se změní tvar materiálu, když se zahřeje a následně ochladí. Jde o takovou změnu, kdy se pevný nebo kapalný materiál zahřeje, a následně se ochladí. Teplotní roztažnost může být buď délková, nebo objemová.

Teplotní roztažnost polymerů závisí na více faktorech, ale především na druhu a struktuře polymeru. Dále na orientaci makromolekul a také na typu a množství přísad v polymeru. [37]

Jak již bylo zmíněno, teplotní roztažnost je buď délková, nebo objemová. Tyto teplotní roztažnosti lze vyjádřit jako koeficient délkové teplotní roztažnosti a koeficient objemové teplotní roztažnosti.

Koeficient délkové teplotní roztažnosti se značí  $\alpha$  a jednotka je  $K^{-1}$ . Jde o změnu počáteční délky  $L_0$  a jeho přírůstek  $\Delta l$ , za zvýšení teploty.

$$\alpha = \frac{l - l_0}{l_0 \Delta t} \quad (1)$$

Kde  $l$  je délka po zahřátí,  $l_0$  je počáteční délka vzorku a  $\Delta t$  je změna teploty.

Koeficient objemové teplotní roztažnosti se značí  $\beta$  a jednotkou je též  $K^{-1}$ . Jde o změnu objemu při zahřátí v teplotním rozmezí. Lze to vyjádřit rovnicí:

$$\beta = \frac{\Delta V}{V_0} \cdot \frac{1}{T_2 - T_1} \quad (2)$$

kde znamená, že objem kapaliny se vzorkem  $V_0$  při teplotě  $T_1$  a jeho změny  $\Delta V$  po ohřevu na teplotu  $T_2$ . [38]

#### 1.5.4 Tepelná vodivost

Tepelná vodivost je vlastnost, která nám říká, jak je materiál schopen vést teplo. Udává rychlost, jakou se teplo šíří z ohřáté části, na část chladnější, a to za jednotku času. Tepelná vodivost je charakterizována součinitelem tepelné vodivosti, a se značí  $\lambda$ , a jednotka součinitele tepelné vodivosti je  $Wm^{-1}K^{-1}$ . Výpočet je následovný:

$$\lambda = \frac{Q}{S \frac{\Delta T}{h}} t, \quad (3)$$

což je definováno, jako množství tepla  $Q$ , které projde plochou materiálu  $S$  o tloušťce  $h$  za jednotku času  $t$  při rozdílu teplot mezi plochami  $\Delta T$ . [39]

#### 1.5.5 Měrná tepelná kapacita polymerů

Měrná tepelná kapacita je fyzikální veličina, která se značí  $c_p$ , její jednotka je  $J/kgK$ . Spočítá se jako:

$$c_p = \frac{Q}{m \Delta T} \quad (4)$$

což lze vyjádřit jako množství tepla  $Q$ , které je potřeba dodat materiálu, který má hmotnost  $m$ , aby se ohřál o teplotu  $\Delta T$ . Měrná tepelná kapacita se měří při konstantním tlaku a je závislá na teplotě. Polymery mají větší měrnou tepelnou kapacitu v roztaveném stavu, než ve stavu pevném. [39]

## 1.6 Termická analýza

Termická analýza je soubor analytických metod, při kterých se zkoumají fyzikální či fyzikálně-chemické vlastnosti zkoumaného materiálu a jeho změna v závislosti na teplotě. Metoda se volí vždy podle cíle práce. V mnoha případech se využívá kombinace více metod, aby se získalo více výsledků a tím lepší vyhodnocení a zpracování.

Termické vlastnosti jsou měřeny pomocí metod termické analýzy (např. diferenciální skenovací kalorimetrie, DMA, DSC). Tyto metody jsou popsány v kapitole 2, v popisu použitých metod.

## 1.7 Plazma

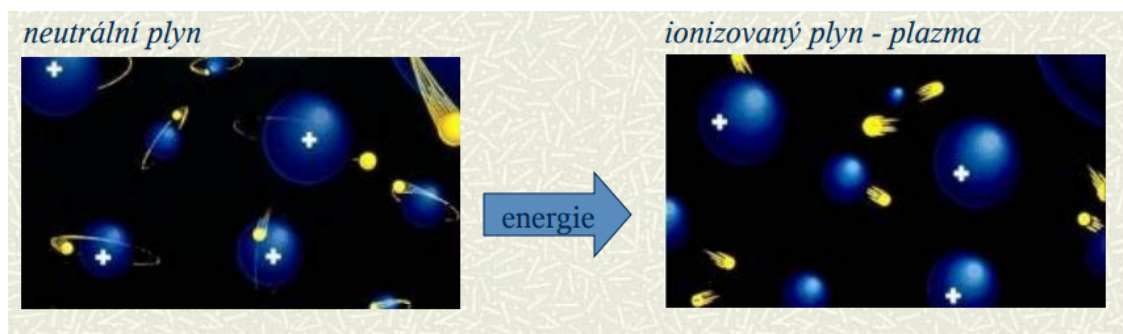
Existují dva významy tohoto slova. První výraz se používá jako ženský rod, ta plasma. Poprvé ho použil Jan Evangelista Purkyně v 19. století. Označil tak čistou tekutinu, která zůstane po odstranění všech pevných částic z krve. Ta plasma se tedy využívá v medicíně a je spojována s krví. Druhý význam slova plasma, označovaný středním rodem jako to plasma, se využívá v odvětví fyziky. Toto označení poprvé použil v roce 1922 Irving Langmuir. Tento význam slova plasmatu je nazýván jako čtvrté skupenství hmoty, ionizovaný plyn. [40]

Postupný zahříváním z pevné látky bude kapalina, následným zahříváním z kapaliny plyn. Zahříváním plynu dojde k tomu, že elektrony z elektronových obalů budou částečně odtrhány, v tu chvíli se hovoří o plazmatu. Jak již bylo zmíněno, plazma může vzniknout buď zahřátím plynu, nebo vystavením silnému elektromagnetickému poli za použití laseru nebo třeba mikrovlnného záření. Při tomto procesu se v plynu rozvolní molekulární vazby, a zvýší se nebo se sníží hladina elektronů, a tím se vytvoří ionty  $+$  a  $-$ . Tedy pozitivně či negativně nabitě částice. Čímž se plazma stane vodivé a citlivé na působení magnetického pole. Lze ho tvarovat do vláken, paprsků, či vrstev. [41]

Výstižné pro plazmu je, že v něm jsou volné elektrony, volné nosiče nábojů a tím plazma může reagovat na elektrická magnetická pole. Což neumí ani jedno skupenství. Tím se plazma od všech skupenství liší. Jde tedy o kvazineutrální plyn nabitých a neutrálních částic, který vykazuje kolektivní chování. Jde o to, že neutrální



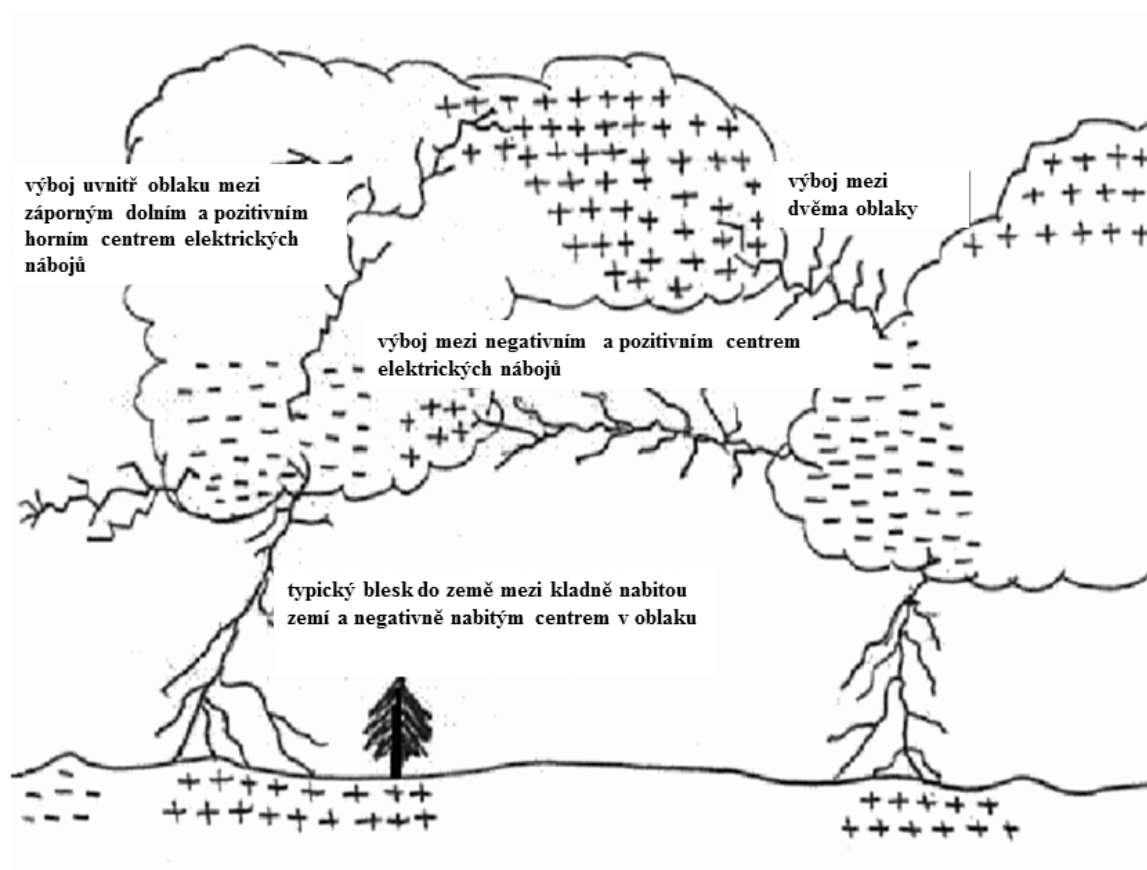
molekuly spolu reagují pouze prostřednictvím srážek. Kvazineutralita znamená, že se navenek plazma jeví jako elektricky neutrální, z makroskopického hlediska je i v malých dílčích objemech plazmatu hustota elektronů téměř rovna hustotě iontů; ta se nazývá hustota plazmatu. Kdežto z mikroskopického hlediska volné elektrony a ionty způsobují svými elektromagnetickými interakcemi všechny charakteristické jevy v jeho chování. Jedná se například o možnost různých teplot elektronů a iontů v jednom plazmatu, driftování neboli unášení částic v magnetickém poli, ohřev plazmatu vícestupňovou adiabatickou kompresí v magnetických zrcadlech, vlny v plazmatu (např. plazmové oscilace, hvizdy, rázové vlny apod.), nelineární jevy (např. existence stěnové vrstvy), existence tzv. plazmové hrany (rozhraní mezi frekvencemi propuštěného a odraženého elektromagnetického záření) a podobně. [41]



Obrázek 13 - Zahřívání plynu, [41]

### 1.7.1 Výskyt plazmatu

Plazma se nejčastěji nachází ve vesmíru. Nachází se téměř všude, kromě planety Země. Z plazmatu vznikají hvězdné mlhoviny, hvězdy, hvězdokupy, galaxie, ale i mezigalaktické plyny. Tedy vše kromě planet, planetek, měsíců, komet či asteroidů. Na Zemi se s ním lze setkat v podobě výbojů světla, tedy blesků (viz obrázek č. 14). [40]



Obrázek 14 - Vznik blesku, výskyt plazmatu, [42]

## **2 Experimentální část**

V této části je uveden popis použitých materiálů, metodika experimentů, zpracování a vyhodnocení dat. Cílem práce bylo vyrobit kompozitní materiály s oplazmovanými mletými uhlíkovými vlákny a testovat jejich vliv na termické vlastnosti výsledného kompozitu.

### **2.1 Popis použitých materiálů**

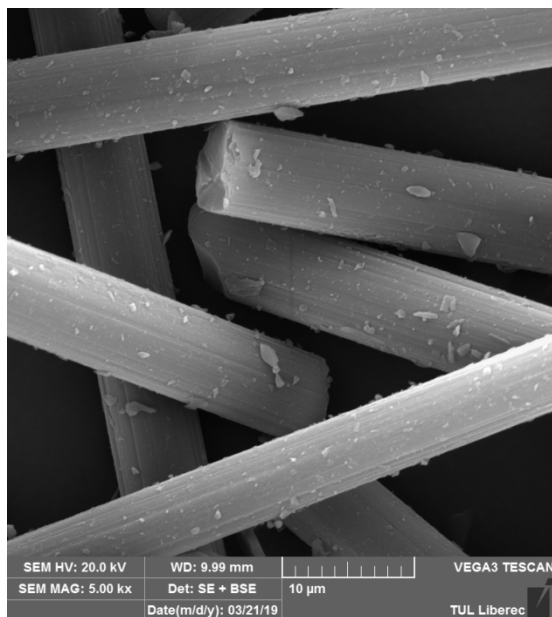
Jako matrice byla použita epoxidová pryskyřice L 285 (MGS). Plnivo bylo z recyklovaných uhlíkových vláken, s obchodním názvem Carbiso Mil. Pro výrobu kompozitních materiálů byl dále použit separátor, Frektone NC 770, kterým se vymazala Petriho miska, než se do ní vlil kompozit. Dále se použilo tužidlo H 508.

#### **Epoxidová pryskyřice**

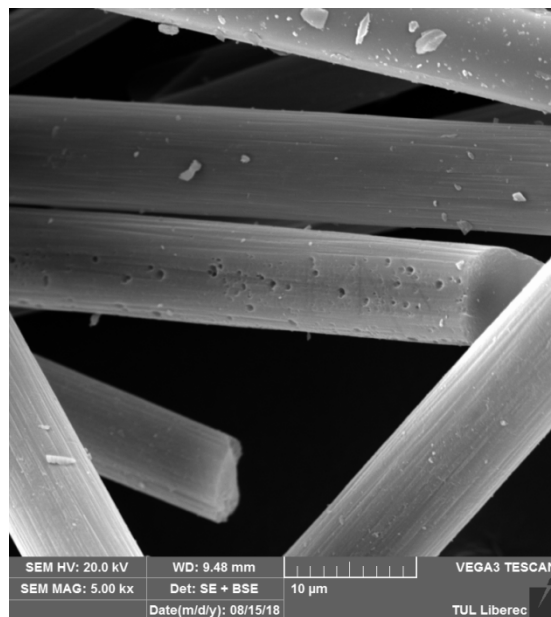
Pro výrobu kompozitního materiálu se použila epoxidová pryskyřice L285. Pryskyřice je bílé barvy o hustotě  $1,18 - 1,25 \text{ g/cm}^3$  při  $25^\circ\text{C}$ . Používá se pro výrobu motorových letadel, lodí a pro stavbu lodí, na sportovní nářadí, či letecké modely. Má rozdílnou dobu zpracovatelnosti a to v závislosti na tom, jaké se použije tužidlo. Tvrzení při  $60^\circ\text{C}$  splňuje standard na použití na větroně, a při  $80^\circ\text{C}$  lze použít na motorová letadla. [53]

#### **Uhlíková vlákna Carbiso**

Carbiso mil - Milled Carbone Fibre (viz obrázek č. 15, č. 16), jsou recyklovaná uhlíková vlákna. Na obrázku č. 15 jsou neoplazmované vzorky, kdežto na obrázku č. 16 lze vidět vzorky, které mají plazmatickou úpravu. U oplazmovaných vláken je možno vidět, že mají rýhy a povrch vláken je hladší, bez vystupujících šupinek. Uhlíková vlákna mají délku  $100 \mu\text{m}$ . Mají černou barvu. Využívají se na výrobu kompozitních materiálů. Vylepšují jejich pevnost, modul pružnosti v tahu, rozměrovou stabilitu, či elektrickou vodivost. Samotná uhlíková vlákna mají malý koeficient tepelné roztažnosti, proto se melou a vyrábí se z nich kompozitní materiály. Tím, že se spojení s pryskyřicí či jiným pojidlem, se zlepší vlastnosti. [54]



Obrázek 15 - Čistá uhlíková vlákna bez plazmatické úpravy



Obrázek 16 – Oplazmovaná uhlíková vlákna – 80 min. plazmy

### 2.1.1 Plazmování uhlíkových vláken

LA 400 (viz obrázek č. 17) je nízkotlaké laboratorní zařízení sloužící pro plazmové povrchové úpravy, konstruované firmou SurfaceTreat a.s. v Turnově. Zařízení se sestává z komory, patentovaného plazmového mikrovlnného generátoru a řídicího systému. Vakuová plazmová komora má vnitřními rozměry 400 x 400 x 400 mm, kam lze díky vstupu přes dveře pokrývající celou přední stranu umístit i rozměrné vzorky. V horní části komory se nachází plazmový generátor, vstup pro pracovní plyny/prekurzory, připojení vakuové pumpy a měření tlaku jsou umístěny v zadní části. Pro zpracování grafitového prášku o vysokém specifickém povrchu bylo použito speciální fluidizační míchací zařízení speciálně uzpůsobené pro velmi lehké sypké materiály. Plazma je generováno mikrovlnným zdrojem, který má výkon 1 kW. Pracovní tlak, který byl 100 Pa, byl zajišťován rotační vývěvou o sací rychlosti 40 m<sup>3</sup>/h. Do pracovní komory byly v průběhu plazmování připouštěny pracovní plyny – kyslík a vodík. Tato směs byla vybrána za účelem kyslíkové funkcionalizace povrchu materiálu, která se projevuje hydrofilizací povrchu. Pro účely diplomové práce, pro zkoumání vlivu plazmy na termické vlastnosti, bylo připraveno 8 různých plazmatických intenzit (různá doba expozice, a to od 10 do 80 minut).



Obrázek 17- Laboratorní nízkotlaký systém LA 400

### 2.1.2 Výroba kompozitních materiálů

Než se vzorky vůbec začnou vyrábět, musí se připravit nádoba, do které se budou vzorky vylévat. Pro tento účel byla použita Petriho miska, která se nejprve musela důkladně vymýt, a to z důvodu kontaminace vyráběných vzorků nežádoucími látkami, což by mohlo mít za následek ovlivnění celého průběhu výroby i následné měření. Dále se miska musí odseparovat chemickou látkou Frektone NC 770, a to, každou misku 3 krát. A mezi každým vymazáním se musí nechat řádně uschnout 10 minut. Je to z důvodu, aby vzorek po vytvrzení šel lépe vyndat z Petriho misky, a aby miska byla dostatečně čistá, než se do ní vzorek vyleje.

Pro výrobu vzorků se ze všeho nejdřív musí odvážit tyto potřebné látky. Vlákná Carbiso 1,4 g, 16 g ( $\pm 0,2$  g) tvrdidla a 40 g ( $\pm 1$  g) pryskyřice L285.

Naměřená jemná vlákna se nasypou do misky, k nimž se pomalu vlívá tvrdidlo a pomocí skleněné tyčinky se manuálně ručně rozmíchá. Miska se směsí, do které se vloží magnetická tyčinka, se vloží na magnetické míchadlo a opatrně se

manuálně spustí a míchá se 5 minut. Po uplynutí 5 minut se opatrně přilije pryskyřice a pokračuje se v míchání, též 5 minut. Když se přilije pryskyřice, musí se zvýšit rychlost míchání, mohlo by se stát, že by se míchadlo mohlo zastavit. Poté se směs z vláken, separátoru a pryskyřice vlije do předem připravené Petriho misky, rovnoměrně se rozlije a položí se na rovnou podložku, kde se nechá 24 hodin tvrdnout při laboratorních podmínkách. Další den se Petriho misky s tuhou směsí vloží do pece, kde se vytvrzují na 60 °C po dobu 15 hodin. Vytvrzené, studené vzorky se opatrně vyndají z Petriho misky.

Pro tuto diplomovou práci se dělaly dvě série vzorků, každá série obsahuje 10 vzorků, a to jeden vzorek, který je tvořen pouze epoxidovou pryskyřicí, dále čistý vzorek jen z uhlíkových recyklovaných vláken, a pak podle doby plazmování, 10 minut, 20 minut, 30 minut, 40 minut, 50 minut, 60 minut, 70 minut a 80 minut. Druhá série má vzorky stejné, jsou pouze vyráběny jiný den, tedy při jiných klimatických podmínkách. Tabulku přehledu, jak jsou vzorky popsány, lze vidět v tabulce č. 1.

Tabulka 1 - Soupis popsáných vzorků

<b>1. série</b>	Pe	P0	P10	P20	P30	P40	P50	P60	P70	P80
<b>2. série</b>	Peb	P0b	P10b	P20b	P30b	P40B	P50b	P60b	P70b	P80b

### **Magnetické míchadlo**

Existují dva typy míchání, a to pomocí magnetu nebo ultrazvuku. Pro tuto práci bylo zvoleno magnetické míchání. A to pomocí přístroje HI 190M od firmy Hanna Instruments.

Míchadlo pracuje na principu, kdy se na desku vloží miska se směsí, která se má promíchat, do ní se vloží tyčinka s magnetem a přístroj se pomalu spustí. Tyčinka se začne točit a tím se směs důkladně promíchá. Rychlost si lze zvolit, ale musí se dbát na to, aby se magnet točil dostatečně rovnoměrně. Kdyby byla rychlost příliš malá, magnet by se mohl zastavit, kdyby byla naopak příliš vysoká, mohl by z misky vyskočit. Tak či tak, by došlo k přerušení míchání.

## 2.2 Popis použitých metod

### 2.2.1 DMA

#### 2.2.1.1 Obecný popis DMA

DMA, dynamicko-mechanická analýza, je jedna z nejcitlivějších metod, která popisuje a interpretuje mechanické chování materiálu. Metoda sleduje viskoelastické odezvy materiálu podrobeného malému oscilačnímu napětí. Tato metoda dopomáhá určit závislost elastického modulu a mechanického tlumení na teplotě (popřípadě čase). Díky těmto mechanickým spektrům je možno stanovit teplotu skelného přechodu, krystalinitu, síťování, creep, nebo míru orientace. Podstata zkoušky je v namáhání vzorku danou silou a měřením deformace. Při metodě DMA je viskoelastická odezva materiálu rozdělena na dvě komponenty, na reálnou a imaginární část. Reálná část představuje elastický modul  $E'$ , imaginární část viskozitní složku  $E''$ . [45]

Aby byl celkový, komplexní  $E^*$ , modul platný, tak musí platit:

$$E^* = E' + E'' \quad (5)$$

Ztrátový koeficient se spočítá následovně:

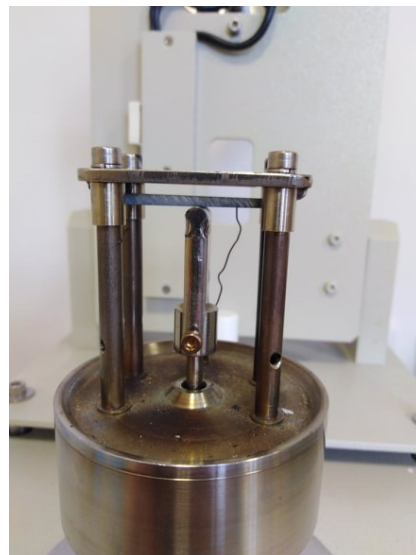
$$\tan \delta = \frac{E''}{E'}, \quad (6)$$

kde  $E''$  značí imaginární část a  $E'$  je část reálná. Reálná část je elastický modul a imaginární část je viskozitní část.

Tato separace měření do dvou komponent popisuje dva nezávislé procesy uvnitř materiálu: elasticitu (vratná složka) a viskozitu (ztrátová, disipační energie). Principem zkoušky je určování viskoelastických materiálů. Pokud má mechanické namáhání sinusový průběh, jedná se o klasickou dynamickou analýzu. Některé přístroje, obvykle nazývané dynamické termomechanické spektrometry, umožňují namáhání vzorku nesinusovým průběhem, který má široké spektrum harmonických frekvencí. Analýzou dat pak lze získat naráz výsledky pro celé spektrum frekvencí. [45]

Přístroj (viz obrázek č. 18) je možno použít pro různé způsoby zatěžování: tah, tlak, třibodový ohyb, jednoduchý a vetknutý nosník a smyk. Výhodou přístroje je, že lze měřit velké rozmezí materiálů, zařízení je vhodné jak pro polymery, tak i pro elastomery, filmy, kompozity, ale i vlákna, sklo, keramiku, kov, ale i dokonce papír

a dřevo. Nevýhodou přístroje je vysoká cena měřícího zařízení. Je třeba zdůraznit, že DMA umožňuje identifikovat řadu přechodů v polymerních materiálech, na které jsou jiné metodiky málo citlivé. [46]



Obrázek 18 – Přístroj DMA.

Upnutý vzorek připravený k měření.

Existuje řada norem, kterými je nutno se řídit a držet se jich. Základní popis principu a zkoušky dynamické mechanicko-termické analýzy je zahrnut v normě DIN ISO 6721-1. Příprava vzorků je obsažena v normě DIN ISO 4661-1. Existuje mnoho dalších norem pro různé druhy zatížení, jako je tlak, třibodový ohyb, smyk, a jednoduchý a vetknutý nosník. [46]

#### 2.2.1.2 Použití DMA

Přístroj DMA se využívá zejména pro dobré určení:

- teploty skelného přechodu, bodu měknutí a tání
- mechanických ztrát materiálu (charakterizuje jeho tlumící schopnosti)
- dlouhodobé teplotní stability (stárnutí materiálu).

#### 2.2.1.3 Popis přístroje

Na přístroji DMA se měřil třibodový ohyb. Nedílnou součástí přístroje jsou dvě vyvážená rovnoběžná ramena, která jsou uložena na čepech, která jsou umístěna blízko středu ramen. Čepy znázorňují vysoce přesné torzní pružiny. Vzorek se vloží mezi ramena, která tvoří rezonanční systém vibrací. Aby se naměřily hodnoty, musí se materiál zdeformovat. Deformace materiálu nastane při působení dvou protichůdných



momentů o stejné velikosti, které působí na protilehlé konce vzorku upnutého do držáku. [47]

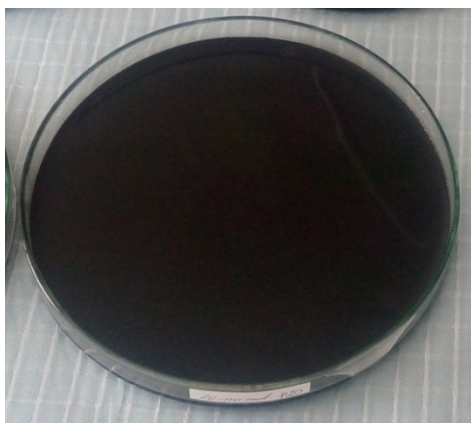
#### **2.2.1.4 Princip měření**

Vzorek je vložen do pece a je ohříván na požadovanou teplotu. Pro dobrý přestup tepla pomáhá tzv. dynamická atmosféra proudícího plynu, která vzniká speciálním ventilátorem. Na vzorek poté působí požadovaná síla. Pro měření skutečné velikosti síly je použit tenzometr. Deformace vzorku je snímána pomocí HLDS, což je speciální snímač, který je vyroben pro tyto účely, je vyroben s vysokou přesností a linearitou. [47]

Řídící elektronická jednotka zašle signál síly a deformaci, po digitálním zpracování, do počítače, kde se průběžně zpracovávají v programu DMAGrapher. Řídící a komunikační modul dekoduje data, uloží je na disk a zobrazí na monitoru. Další dva moduly programu zajišťují matematické zpracování naměřených průběhů napětí a deformace vzorku. První modul pracuje s přímým výpočtem, druhý využívá algoritmus. Tím se získají závislosti modulu pružnosti a ztrátového úhlu na teplotě, čase, frekvenci působící sály, velikosti deformace. Z těchto závislostí lze následně stanovit, jaké vlastnosti má daný testovací vzorek. [47]

#### **2.2.1.5 Příprava vzorků pro měření**

Kompozitní materiál byl vytvrzen v Petriho misce, po vytvrzení se vzorek z misky vyndá, a to kroutivými pohyby. Vzorek má kruhovitý tvar (viz obrázek č. 19). Pro přístroj DMA se vzorky musí rozřezat na pruhy, které mají šířku cca 1 cm. Tento jeden proužek se vloží do svěráku a rozřeže se přibližně na délku 6 cm. Do přístroje se pak uvádí šířka vzorku a tloušťka, která se měří pomocí šuplery.



Obrázek 19 - Kompozitní materiál  
v Petriho misce.



Kompozitní materiál rozřezaný na pruhy

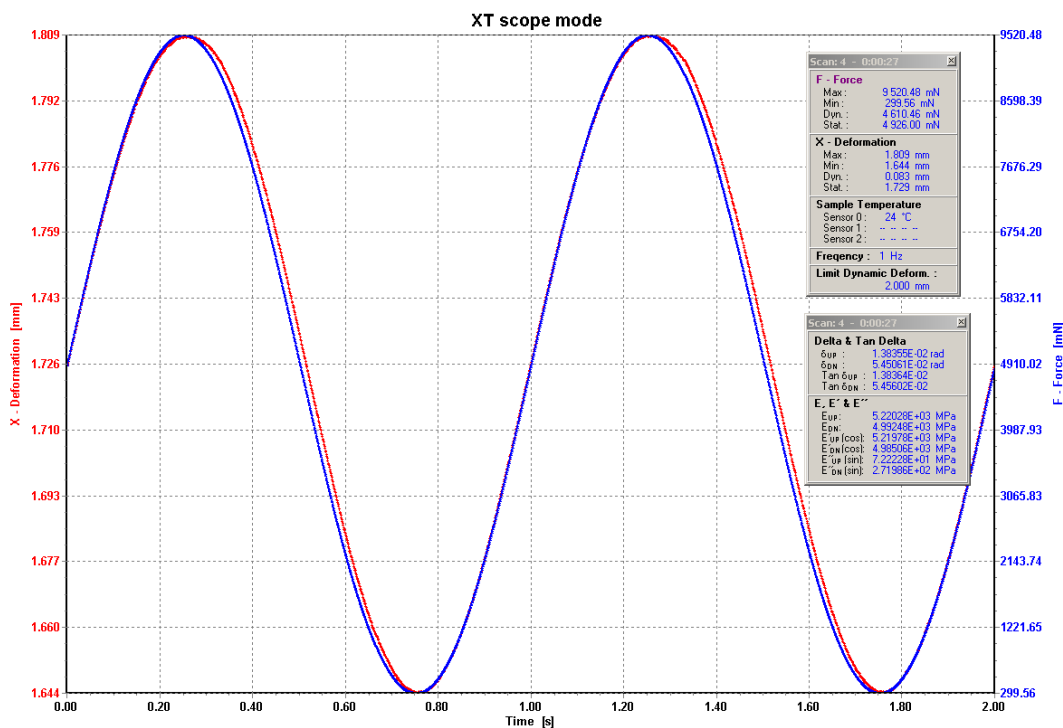
#### 2.2.1.6 Postup měření

Jak již bylo zmíněno, na přístroji DMA lze měřit v tlaku, tahu, smyku pro čtyři lepené vzorky, dvojitě vetknutý nosník, jednoduše vetknutý nosník a třibodový ohyb. Pro tuto práci se měřil třibodový ohyb. Pro tuto práci byl vybrán princip třibodový ohyb.

Vzorek musí mít tyto rozměry, maximální délku 60 mm, maximální šířku 12 mm a maximální tloušťku 5 mm. Tento princip je vhodný pro měření materiálů, které mají velký modul pružnosti. Lze použít pro rozsah modulů od  $10^7$  do  $10^{12}$  Pa. Značnou nevýhodou je nutnost statického předpětí vzorku, a nelze měřit v oblasti bodu tání vzorku.

Než se vzorek začne měřit, musí se zadat důležité parametry, ale především se musí zadat šířka vzorku a jeho tloušťka. Frekvence je předdefinovaná, 1 Hz. Dále se musí zkontrolovat předpětí. Vloží se vzorek do čelistí, spustí se Insert a vynulují se předpětí. Poté je vzorek připravený k měření.

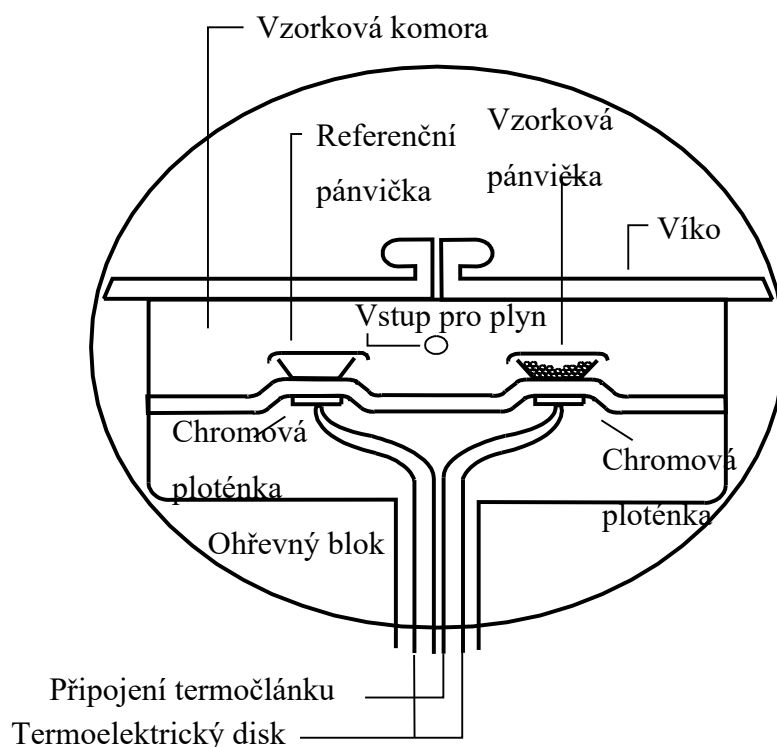
Výstupem měření je graf (viz obrázek č. 20), který nám říká, jaký průběh měla křivka. Zda jde o sinusový průběh, nebo nikoli. Pro každý měřený vzorek je graf před a po měření. Nejvíce se z grafu použije doba měření, která se musí dopočítat právě z před a po měření. Další důležitý parametr je komplexní modul pružnosti, který se značí  $\epsilon$ . Z tohoto parametru se musí získat jedna hodnota. Protože graf vyjede hodnoty  $\epsilon_{ud}$  a  $\epsilon_{dn}$ , které se zprůměrují a získá se jedna hodnota.  $\epsilon_{ud}$  a  $\epsilon_{dn}$  jsou hodnoty horní a dolní úvratě. Poslední parametr je ztrátový koeficient,  $Tan$ , ze kterého se též spočítá průměr z hodnoty  $Tan_{ud}$  a  $Tan_{dn}$ , aby se získala jedna hodnota.



Obrázek 20 - Výstupní graf z přístroje DMA

### 2.2.2 DSC

DSC (viz obrázek č 21), diferenciální skenovací kalorimetrie, je další metoda pro měření termické analýzy, tedy zkoumání tepelných vlastností materiálů. Tato metoda slouží k určování teplot tání, skelných přechodů a krystalizací materiálů. Konkrétní aplikace se využívá ve studiu polymerů, emulzí, kinetiky reakcí či tepelné vodivosti materiálů. Existují dva typy přístroje DSC, a to DSC s kompenzací příkonu a DSC s tepelným tokem. Pro tuto práci byl použit DSC s tepelným tokem, proto dále bude zmíněna jen tato metoda. [48]



Obrázek 21 - Schéma přístroje DSC

### 2.2.2.1 Princip měření

Metoda spočívá v tom, že se konstantně zahřívá (a následně ochlazuje) dvě nádoby. Jedna nádoba je prázdná (tzv. referenční) a druhá nádoba v sobě má zkoušený vzorek. Řídící jednotka (počítač) zajišťuje konstantní zahřívání vzorku, v tomto případě se jednalo o  $15\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ . Důvodem toho, že jedna nádoba je prázdná a druhá obsahuje vzorek, se liší tepelný tok v jednotlivých nádobách. Jde tedy o měření rozdílu tepelných toků v nádobách. Tento údaj se vynáší do grafů oproti teplotě. Udržení nulového teplotního rozdílu se dosahuje buď dodáním energie do vzorku (pokud v něm probíhá endotermní děj) nebo do referenční látky (ve vzorku probíhá exotermní děj). [48]

Každý vzorek, který je umístěn ve společné kalorimetrické cele, je na samostatném tepelném čidle. Měření rozdílu příkonu je nahrazeno měřením rozdílu teplot analyzovaného a referenčního vzorku, které jsou spojeny tepelným mostem. Při změnách teploty v měřeném vzorku, které jsou způsobené endotermními nebo exotermními ději, je rozdíl teplot zaznamenán jako tepelný tok od vzorku nebo do vzorku a je považován za úměrný rozdílu teplot. [50]

Lze použít vzorky s malou hmotností, a to od 1 do 100 mg. Vzorky se vkládají do kovových či keramických místiček, aby se docílilo dokonalého kontaktu s topným

tělískem a teplotními senzory. Příprava vzorků je náročná a její popis bude zmíněn dále, v experimentální části. [50]

### 2.2.2.2 Příprava vzorků na měření

Pro úsporu materiálu lze použít vzorky, které se měřily metodikou DMA. Z proužku, který se proměřoval, se pomocí průbojníku a kladívka na dřevěné podložce vysekne vzorek o hmotnosti cca 10 - 13 mg. Váhy mají na drátku pověšený plíšek, do kterého se vloží vzorek. Zavře se komora a kolečkem vlevo se točí tak dlouho, dokud šipka na pravém ciferníku není na nule. Když je ručička na nule, v druhém ciferníku vlevo se ukáže hodnota hmotnosti vzorku v mg.

Když je naměřena správná hodnota, musí se vzorek dát do mističky s víčkem a zadělat. Do hliníkové mističky se vloží vzorek dané hmotnosti a přikryje se víčkem. Poté se mistička vloží na desku lisovacího přístroje a vši silou se smáčkne páka dolů a vzorek se zalisuje (viz obrázek č. 22). Vzorek musí být dán na střed, aby byl vzorek plně zabalen a nebyl naprasklý.



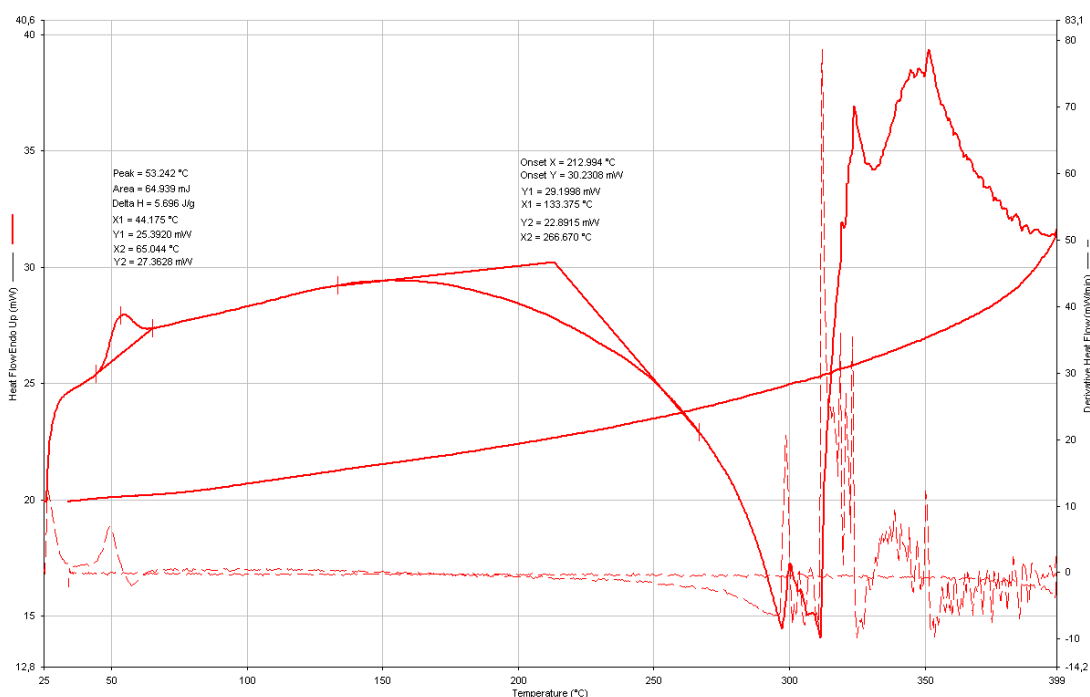
Obrázek 22 - Zalisovaný vzorek připravený k měření na přístroji DSC.

### 2.2.2.3 Postup měření

Připravený vzorek v hliníkové mističce se vloží do jedné nádoby, druhá nádoba je prázdná. Princip je v tom, že se vzorek konstantně zahřívá a poté následně ochlazuje. Konstantní doba zahřívání byla 15 °C/min. Jde o změření rozdílu tepelného toku. A protože v jedné nádobě vzorek je a v druhé není, je tepelný tok rozdílný. Když je vzorek vložen do misky, přikryje se nádoba a přístroj se spustí. Musí být zkontrolován přívod dusíku, kdy velikost tlaku je 2 Pa.

Když přístroj doměří, počítač vykreslí graf (viz obrázek č. 23), na kterém je vidět záznam průběhu křivky. Jelikož je přístroj starší, musí se pak ručně dohledat teplota zesklenní a teplota degradace.

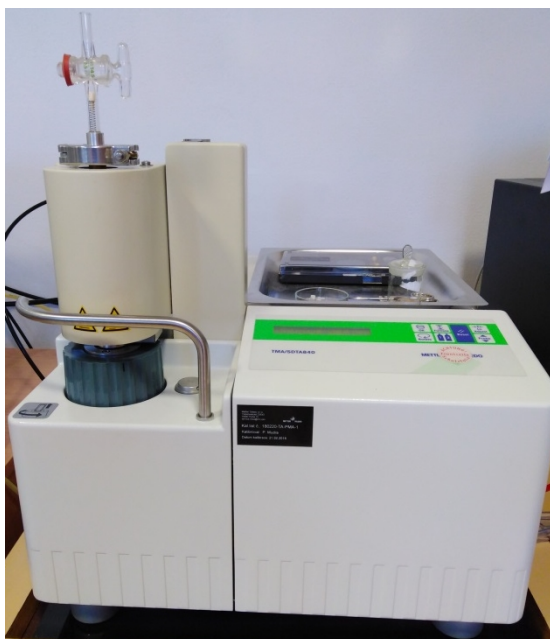
Nejprve se vykreslí křivka, poté se roztáhne do všech čtyř směrů. Následně se křivka zderivuje a hledá se pík a poté tečna s křivkou. Když se dohledá pík i tečna, počítač spočítá z plochy teplotu zesklenní, která je pojmenovaná v grafu „peak“ a teplotu degradace, která je označená jako „onsetX“.



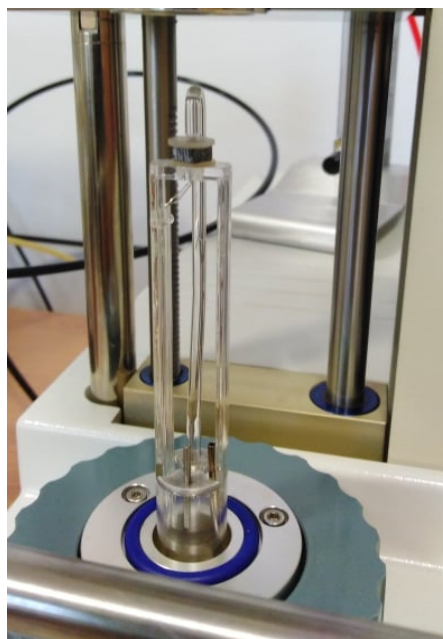
Obrázek 23 - Výstupní graf z přístroje DSC

### 2.2.3 TMA

Termomechanická analýza měří deformaci vzorku při statickém namáhání v závislosti na teplotě anebo čase. TMA (viz obrázek č. 24) slouží ke stanovení dilatace (rozměrové změny) vzorku, když se vzorek ohřeje a zatíží. Lze stanovovat přechodovou teplotu plastického stavu materiálu; při tříbodovém zatížení lze stanovit podíl pružné a plastické deformace. Metoda TMA doplňuje metody DMA a DSC. Metoda umožňuje určit teplotu měknutí daného měřeného vzorku. Lze s ní měřit relaxační efekty, které nelze určit pomocí metody DSC. S metodou lze tedy měřit jak roztažnost vzorku, tak i koeficient teploty měknutí. [51]



Obrázek 24- Přístroj TMA.



Upnutý vzorek připravený k měření.

Na přístroji lze měřit rozdílné, velmi vysoké teploty, a to od  $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$  až do  $+1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Používá se maximální velikost vzorku 30 mm, přesnost měření je  $\pm 0,1\text{ }\%$ .

Lze měřit tyto vlastnosti:

- stanovení skelného přechodu a bodu měknutí,
- detekce bodu měknutí s automatickým softwarovým řízením vypnutí systému,
- zobrazení křivek relativního/absolutního smrštění nebo expanze,
- zobrazení a výpočet roztažnosti,
- creep. [53]

Měření s konstantní silou umožní stanovit ohyb, napětí, bobtnání, penetraci, smršťování a creep. Na vzorek se aplikuje sinusové napětí a lineární teplotní náběh, a tím se měří odpovídající odezva zkoušeného vzorku. Při měření je vzorek umístěn do temperační komory. V komoře je předdefinovaný teplotní program, který je zajišťován čidlem a termočlánkem, kteří se nacházejí v blízkosti vzorku. Vzorek je buď čtverhranný, nebo válcový. Malé zkušební zatížení (od 0,1 g do 5 g), která působí na zkoušený vzorek lze měnit podle zvoleného režimu působení, a to na statické nebo dynamické. U statického podnětu se jeho velikost v čase nemění, u dynamického se velikost mění to buď periodicky, nebo neperiodicky. Měření se provádí nízkou rychlostí ohřevu. [54]

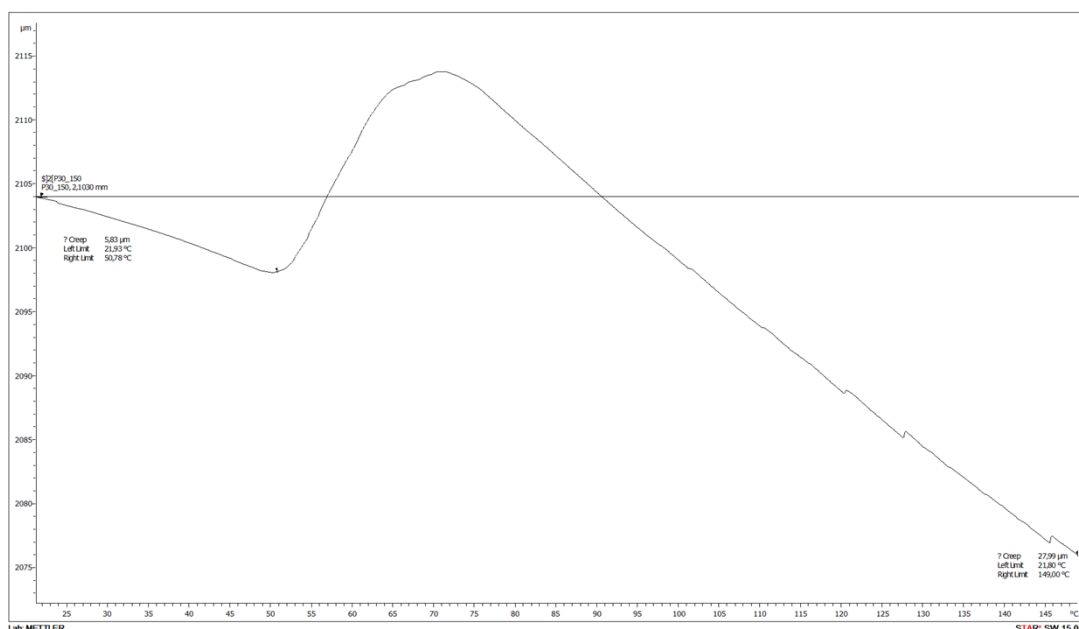
### 2.2.3.1 Příprava vzorků na měření

I pro tuto metodu je potřeba jen malý kousek vzorku. Vzorek se musí vejít mezi dvě plastová kolečka, mezi kterými je vzorek upevněn v přístroji. Velikost vzorku je přibližně 0,5 x 0,5 cm. Výška se liší. Tu změří přístroj po upnutí vzorku. Výška se pohybuje v rozmezí 2 až 3,5 mm.

### 2.2.3.2 Postup měření

Pomocí tlačítka *Furnace* se otevře pec, dále se tlačítkem *Probe* otevře čelist, do které se vloží dvě plastová kolečka. Čelist se zavře, díky tlačítku *Adjust* se vynuluje měření, otevře se čelist a mezi dvě plastová kola se vloží velmi opatrně vzorek tak, aby byl přímo mezi kolečky, na středu a přesně na středu čelisti. Když je tak učiněno, čelist se zavře a na displeji se objeví výška daného měřeného vzorku. Ta se spolu s názvem vzorku zadá do počítače, odešle se experiment. Poté se uzavře i samotná pec a přístroj začne měřit. Vzorek se zahřívá na 150 °C, s rychlostí 5 °C/min. Ze začátku je vzorek 5 minut vystaven 25 °C, a pak se začne ohřívat.

Po skončení měření se v počítači otevře křivka, která ukazuje průběh měření (viz obrázek č. 25). Na grafu lze vidět, jak se daný vzorek choval při vystavení a zvyšování teploty.



Obrázek 25 – Výsledný graf z přístroje TMA



## 3 Výsledky a diskuze

### 3.1 DMA

Na přístroji DMA se zjišťoval komplexní modul pružnosti a ztrátový koeficient, a to pomocí tříbodového ohybu. Každý vzorek se měřil dvakrát. A jedno měření trvá přibližně 15 minut, poté se musí počkat, až pec zchladne. Záleželo na okolních podmínkách, ale chladnutí pece trvalo zhruba 45 minut. Jedno měření trvalo celkem hodinu.

#### 3.1.1 1. série DMA

Pro lepší přehled se rozdělila tato kapitola ještě na měření první série, druhé série a na celkový souhrn dat. Tato podkapitola se věnuje naměřené datům z první série. V tabulce č. 2 lze vidět získaná data na přístroji DMA z první série vzorků. Jsou tam vyobrazena data času měření, hodnoty komplexního modulu pružnosti a ztrátový koeficient. Celková tabulka hodnot je uvedena v příloze. Kde jsou hodnoty horní a dolní úvratě, které se mezi sebou průměrují.

Tabulka 2 - Data naměřená na přístroji DMA, první série

	Hodnoty komplexního modulu pružnosti [GPa]		Ztrátový koeficient [-]	
	Začátek měření	Konec měření	Začátek měření	Konec měření
<b>Pe</b>	3,04	1,44	0,033	0,266
<b>P0</b>	4,35	1,85	0,034	0,227
<b>P10</b>	3,12	1,41	0,033	0,222
<b>P20</b>	3,31	1,55	0,035	0,219
<b>P30</b>	3,53	1,25	0,034	0,316
<b>P40</b>	3,44	1,33	0,037	0,270
<b>P50</b>	3,83	1,35	0,035	0,296
<b>P60</b>	3,81	1,32	0,037	0,282
<b>P70</b>	3,41	1,39	0,035	0,251
<b>P80</b>	3,40	1,26	0,039	0,256

Pro větší přehlednost se z těchto hodnot udělalo základní statistické vyhodnocení, které lze vidět v následující tabulce č. 3. Jsou zde zaznamenány hodnoty průměrů, rozptyl, směrodatné odchylky, variační koeficient, minimum, maximum,

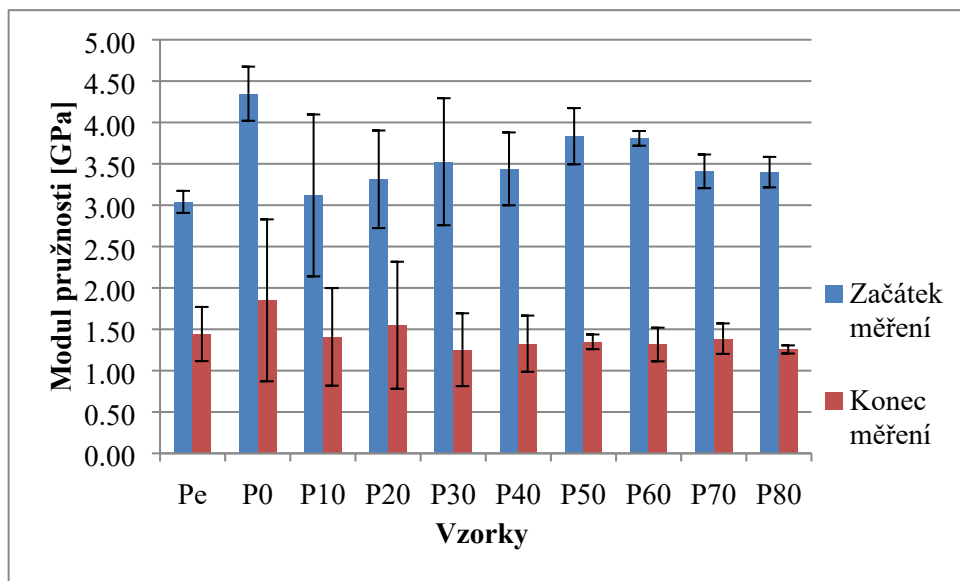
medián, konfidence pro výpočet 95% intervalu spolehlivosti. A vždy jsou uvedeny hodnoty před a po měření.

Tabulka 3 - Statistické vyhodnocení naměřených dat z první série na přístroji DMA

	Hodnoty komplexního modulu pružnosti [GPa]		Ztrátový koeficient [-]	
	Začátek měření	Konec měření	Začátek měření	Konec měření
<b>Průměr</b>	3,52	1,41	0,035	0,261
<b>Rozptyl</b>	0,13	0,03	0,000	0,001
<b>Směr.odch.</b>	0,38	0,18	0,002	0,032
<b>Var.koef.</b>	10,9	12,5	5,12	12,4
<b>Minimum</b>	3,04	1,25	0,033	0,219
<b>Maximum</b>	4,35	1,85	0,039	0,316
<b>Medián</b>	3,42	1,37	0,035	0,261
<b>Konfidence</b>	0,28	0,13	0,001	0,023
<b>95%IS-d</b>	3,25	1,29	0,034	0,237
<b>95%IS-h</b>	3,80	1,54	0,036	0,284

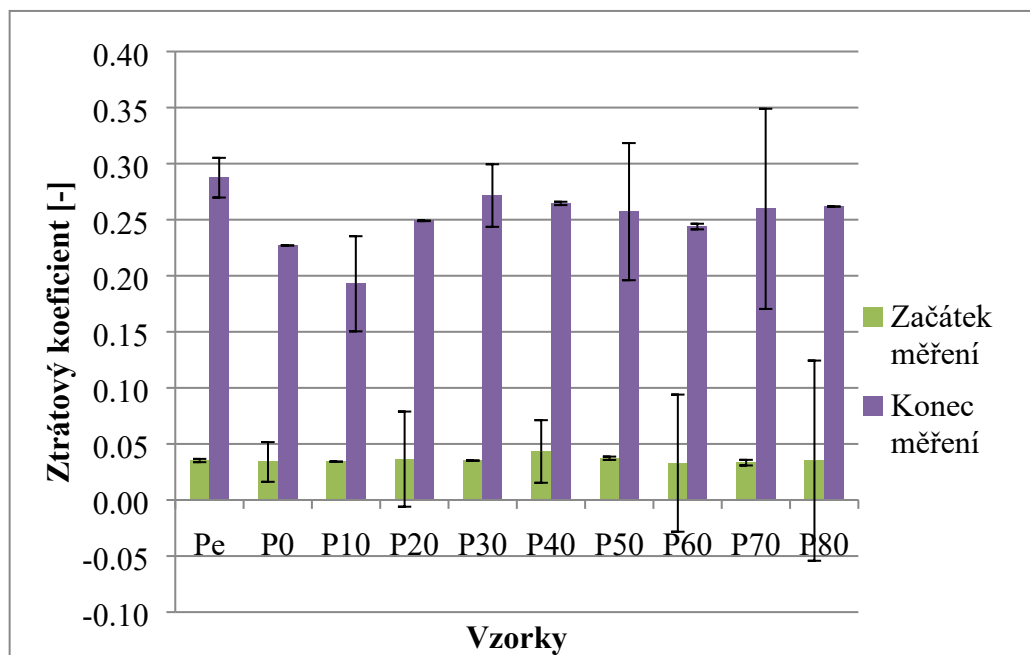
Nejprve vyhodnocení komplexního modulu pružnosti. Před měřením je průměrná hodnota 3,52 GPa, a rozptyl je 0,13 GPa<sup>2</sup>, variační koeficient je 10,93 %, což tak velké číslo už není. Minimální hodnota je 3,04 GPa a patří vzorku Pe, maximum je 4,35 GPa pro vzorek P0. Medián neboli střední hodnota je 3,42 GPa. 95% interval spolehlivosti je v rozmezí 3,25 GPa až 3,80 GPa. U hodnot zjištěných po měření je průměrná hodnota 1,41 GPa a rozptyl je 0,03 GPa<sup>2</sup>. Minimální hodnota je 1,25 GPa pro vzorek P30, maximum patří vzorku P0 a nabývá hodnotu 1,85 GPa. Interval spolehlivosti patří do rozmezí 1,29 GPa až 1,54 GPa. Z těchto dat je patrné, že hodnoty komplexního modulu pružnosti klesají.

U ztrátového koeficientu jsou hodnoty následující. Průměrná hodnota před měřením je 0,035, rozptyl je 0, což říká, že hodnoty nejsou vůbec vychýlené od střední hodnoty. Minimum je pro vzorek Pe, 0,033, maximum patří vzorku P80, 0,039. Konfidence je velmi malá, 0,001, takže 95% interval spolehlivosti je 0,034 až 0,036. Pro hodnoty po měření je průměrná hodnota ztrátového úhlu 0,261 a rozptyl je 0,001, což vypovídá o tom, že i hodnoty po měření se nevychylují od střední hodnoty. Minimální hodnota je 0,219 pro vzorek P20 a maximální hodnota je 0,316 pro vzorek P30. Konfidence je 0,023, interval spolehlivosti se pohybuje tedy v rozmezí 0,237 až 0,284.



Obrázek 26 – Průměrné hodnoty komplexního modulu pružnosti naměřené na přístroji DMA z první série)

Na obrázku č. 26 jsou vyobrazena průměrná data komplexního modulu pružnosti z první série vzorků. Lze si všimnout, že hodnoty na začátku měření stoupají, kromě vybočujícího vzorku P0. Hodnoty se pohybují v rozmezí 3,04 až 4,35 GPa. U hodnot na konci měření lze říci, že se hodnoty nemění a jsou si podobné. Tyto data se pohybují v rozmezí 1,25 až 1,85 GPa. Ale lze si všimnout, že byla správně zvolena sinusoida, a hodnoty komplexního modulu pružnosti klesají.



Obrázek 27 – Průměrné hodnoty ztrátového koeficientu naměřených na přístroji DMA na první sérii vzorků

Na obrázku č. 27 jsou vyobrazeny hodnoty ztrátového koeficientu první série. Hodnoty na začátku měření jsou velmi podobné, pohybují se v rozmezí 0,0330 až 0,0387. Kdež to u hodnot na konci měření nelze vidět žádný trend. Jsou zde dost vybočující data, jako je například vzorek P30. Hodnoty na konci měření se pohybují v rozhraní 0,2188 až 0,3158.

### 3.1.2 2. série DMA

V tabulce č. 4 jsou uvedeny hodnoty z přístroje DMA naměřené na druhé sérii vzorků. Též, jako u série první, lze vidět hodnoty komplexního modulu pružnosti a ztrátový koeficient. I zde je celková tabulka hodnot uvedena v příloze.

Tabulka 4 - Data naměřená na přístroji DMA, druhá série

	Hodnoty komplexního modulu pružnosti [GPa]		Ztrátový koeficient [-]	
	Začátek měření	Konec měření	Začátek měření	Konec měření
<b>Pe</b>	3,34	1,18	0,035	0,288
<b>P0</b>	4,35	1,85	0,034	0,227
<b>P10</b>	3,56	1,80	0,034	0,193
<b>P20</b>	3,25	1,40	0,036	0,249
<b>P30</b>	3,66	1,44	0,035	0,272
<b>P40</b>	3,56	1,42	0,043	0,265
<b>P50</b>	3,61	1,41	0,037	0,257
<b>P60</b>	3,54	1,46	0,033	0,244
<b>P70</b>	3,58	1,41	0,033	0,256
<b>P80</b>	3,59	1,39	0,035	0,262

V tabulce č. 5 je zobrazena statistika dat z druhé série. U hodnot komplexního modulu pružnosti před měřením je průměrná hodnota 3,60 GPa, což je velmi podobný u první série, kde byl 3,52 GPa. Rozptyl je 0,08 GPa<sup>2</sup>, což je menší než pro první sérii, kde byl přes 0,13 GPa<sup>2</sup>. Variační koeficient je 8,06 %, což je velmi podobné jako první série, kde byl 10,93 %. Minimální hodnota je 3,25 GPa patřící vzorku P20, maximální hodnota je 4,35 GPa pro vzorek P0. Střední hodnota, medián, je 3,57 GPa. Hodnoty minima, maxima a mediánu jsou velmi podobné první sérii. Konfidence je 0,21 interval spolehlivosti se tedy pohybuje v rozmezí 3,40 GPa až 3,81 GPa. Hodnoty komplexního modulu pružnosti po měření jsou následující. Průměrná hodnota je 1,48 GPa, rozptyl je

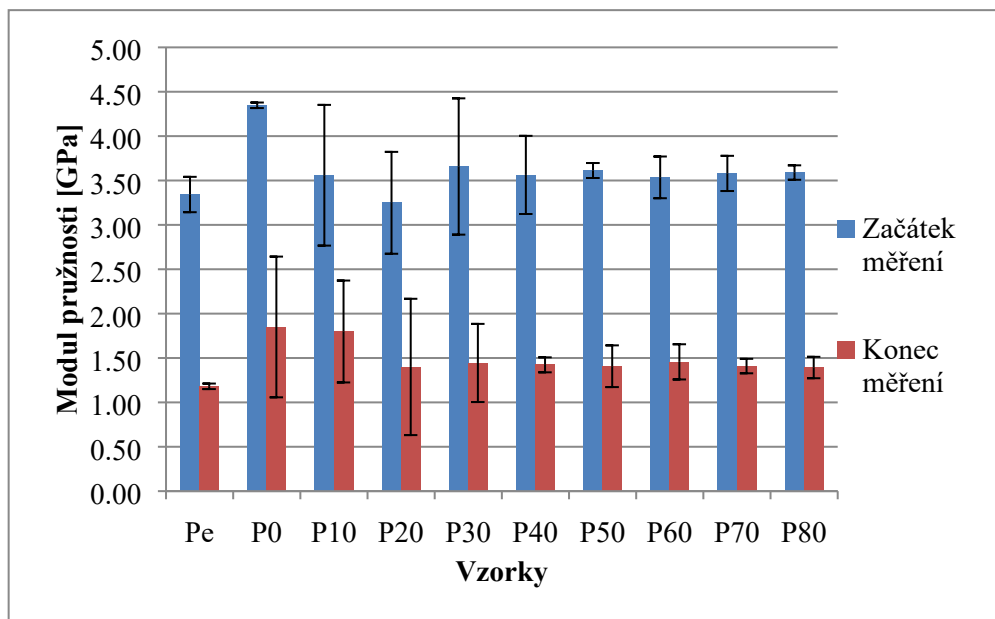
0,04 GPa<sup>2</sup>, a variační koeficient je 13,49 %. Též velmi obdobné hodnoty jako u první série. Minimum je 1,18 GPa, pro vzorek Pe, maximum patří vzorku P0 je 1,85 GPa. Konfidence je 0,14, 95% interval spolehlivosti je tedy v rozmezí 1,33 až 1,62 GPa. Hodnoty po měření se tedy v obou sériích moc neliší.

Statistické vyhodnocení pro ztrátový koeficient hodnot druhé série je následující. Průměrná hodnota před měřením je 0,036, rozptyl je 0. Minimální hodnota je 0,033 patří vzorku P60, maximum je 0,043 pro vzorek P40. Střední hodnota, medián, je 0,035. Konfidence je rovna 0,002, 95% interval spolehlivosti je tedy v rozhraní 0,034 až 0,038. Pro hodnoty po měření je statistika následující. Průměrná hodnota je 0,252, rozptyl je 0,001, taktéž velmi malý. Minimální hodnota je 0,193 pro vzorek P10, maximum 0,288 patří vzorku Pe. Interval spolehlivosti je v rozhraní 0,233 až 0,270. Hodnoty ztrátového koeficientu jak před měřením, tak i po měření obou sérií si jsou velmi podobné.

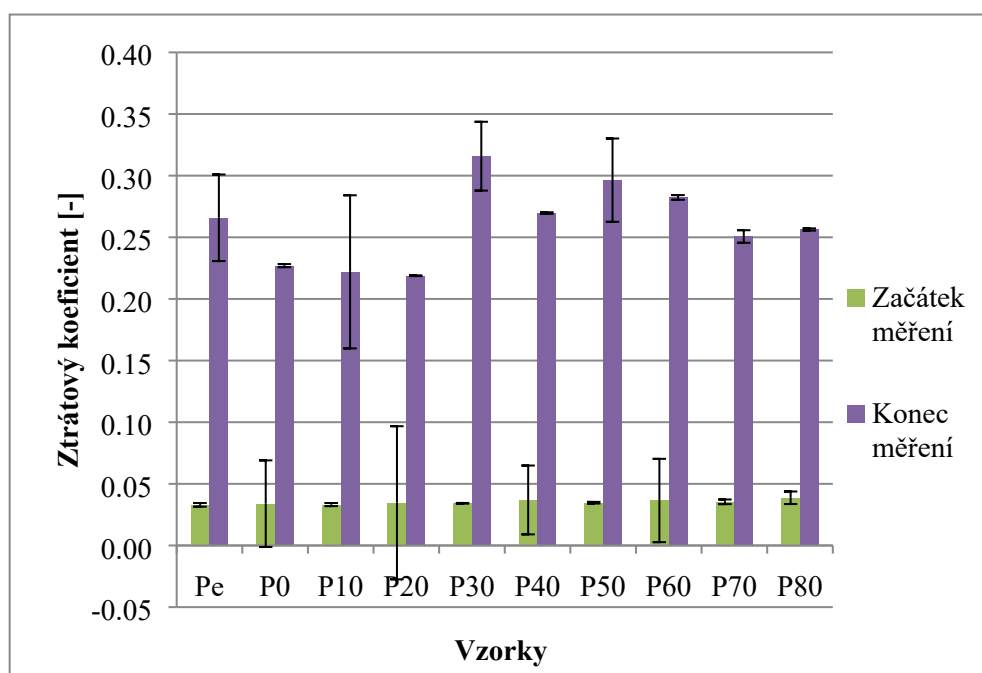
Tabulka 5 - Statistické vyhodnocení naměřených dat z druhé série na přístroji DMA

	Hodnoty komplexního modulu pružnosti [GPa]		Ztrátový koeficient [-]	
	Začátek měření	Konec měření	Začátek měření	Konec měření
<b>Průměr</b>	3,60	1,48	0,036	0,252
<b>Rozptyl</b>	0,08	0,04	0,000	0,001
<b>Směr.odch.</b>	0,29	0,20	0,003	0,026
<b>Var.koef.</b>	8,1	13,5	8,4	10,4
<b>Minimum</b>	3,25	1,18	0,033	0,193
<b>Maximum</b>	4,35	1,85	0,043	0,288
<b>Medián</b>	3,57	1,42	0,035	0,258
<b>Konfidence</b>	0,21	0,14	0,002	0,019
<b>95%IS-d</b>	3,40	1,33	0,034	0,233
<b>95%IS-h</b>	3,81	1,62	0,038	0,270

Obrázek č. 28 ukazuje průměrné hodnoty komplexního modulu pružnosti dat z druhé série. Lze vidět, že hodnoty na začátku měření si jsou velmi podobné, pohybují se v rozmezí 3,25 až 4,35 GPa. Nejvyšší hodnotu má vzorek P0. Kdežto u hodnot na konci měření je možno vidět, že hodnoty mírně klesají.



Obrázek 28 – Průměrné hodnoty komplexního modulu pružnosti naměřené na přístroji DMA z druhé série.



Obrázek 29 - Průměrné hodnoty ztrátového koeficientu naměřených na přístroji DMA na druhé sérii vzorků

Na obrázku 29 je vyobrazen ztrátový koeficient pro hodnoty druhé série. I zde, jako v první sérii, lze spatřit, že hodnoty na začátku měření si jsou velmi podobné, pohybují se v rozmezí 0,033 až 0,043. Hodnoty na konci měření se opět lišily více,

nejvíce vybočuje vzorek P10, který měl nejnižší hodnotu, a to 0,193. Opět zde není vidět žádný trend. Ztrátový koeficient roste a komplexní modul pružnosti klesá.

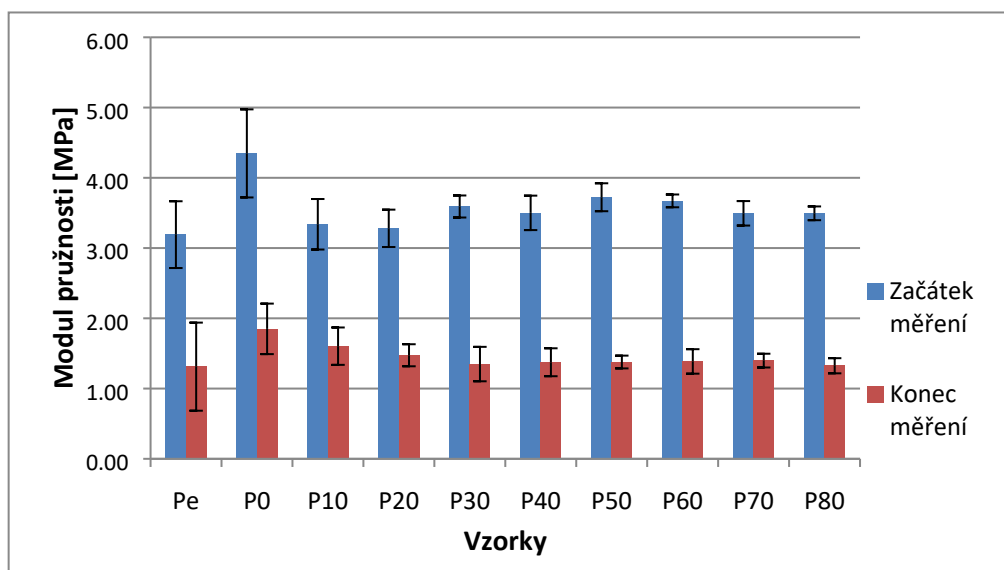
### 3.1.3 Celkový souhrn obou sérií DMA

V této kapitole jsou souhrnné data z obou sérií, tyto data jsou zobrazena v tabulce č. 6. Kde jsou celkové hodnoty komplexního modulu pružnosti a ztrátový koeficient.

Tabulka 6 - Průměrná data z obou sérií naměřených na přístroji DMA

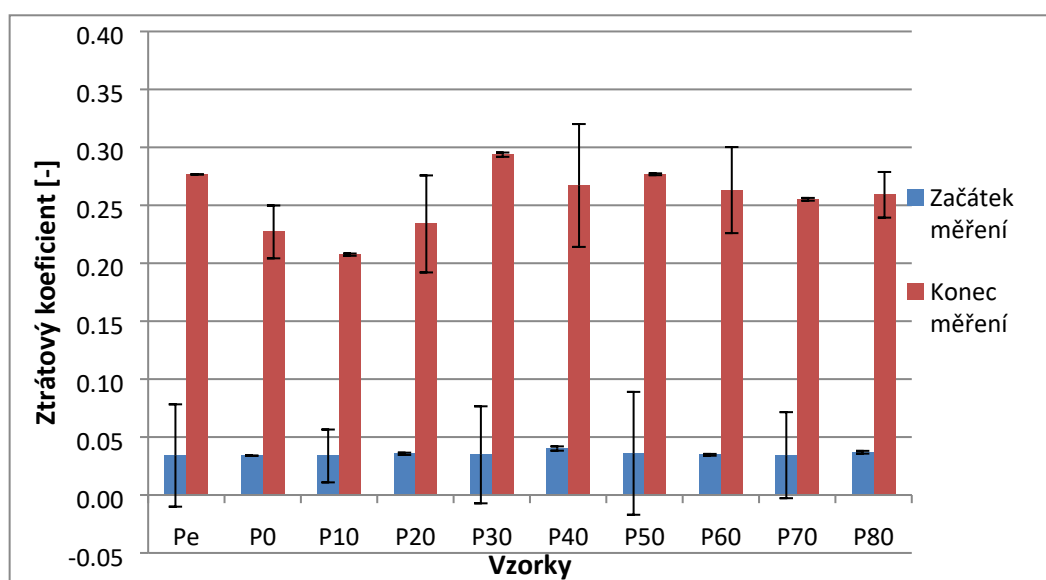
	Hodnoty komplexního modulu pružnosti [GPa]		Ztrátový koeficient [-]	
	Začátek měření	Konec měření	Začátek měření	Konec měření
<b>Pe</b>	3,19	1,31	0,034	0,277
<b>P0</b>	4,35	1,85	0,034	0,227
<b>P10</b>	3,34	1,60	0,034	0,207
<b>P20</b>	3,28	1,47	0,036	0,234
<b>P30</b>	3,59	1,35	0,035	0,294
<b>P40</b>	3,50	1,37	0,040	0,267
<b>P50</b>	3,72	1,38	0,036	0,277
<b>P60</b>	3,67	1,39	0,035	0,263
<b>P70</b>	3,49	1,40	0,034	0,255
<b>P80</b>	3,49	1,32	0,037	0,259

Na obrázku č. 30 lze vidět výsledný graf modulu pružnosti z průměrných hodnot obou sérií. Hodnoty na začátku měření si jsou velmi podobná. Vybočuje pouze vzorek P0. Kdežto u hodnot po měření lze vidět, že modul pružnosti klesá.



Obrázek 30 – Průměrné hodnoty komplexního modulu pružnosti z obou sérií

Na obrázku č. 31 lze vidět průměrné hodnoty ztrátového koeficientu z obou sérií. Stejně jako u komplexního modulu pružnosti, hodnoty před měřením jsou velmi podobné. Ale měření na konci má nějaká vybočující data, ale lze říci, že ztrátový koeficient roste.



Obrázek 31 – Průměrné hodnoty ztrátového koeficientu z obou sérií



## 3.2 DSC

Jak již bylo zmíněno výše, z přístroje DSC se data získají v podobě grafu. Následně se data musí získat ručně dopočítáním. Také bylo výše zmíněno, že byly vyrobeny dvě série vzorků. Tyto série mohou mít jiný průběh, proto se vyhodnocovala každé série zvlášť a poté se udělal celkový souhrn. Vzorky se ohřívaly do 400 °C rychlostí 15 °C/minutu.

### 3.2.1 1. série DSC

Hodnoty, které se získaly z první série, je možno vidět v tabulce č. 7. Dopočítávají se teploty zesklenní a teploty degradace u zkoušených vzorků. Jak již bylo zmíněno. Všechny metody jsou časově velmi náročné, proto se měřilo jen dvakrát a z těchto hodnot se udělaly průměry. Jedno měření trvá hodinu a půl, ohřev a následné ochlazování.

Tabulka 7 - Hodnoty naměřené na přístroji DSC u první série vzorků

Vzorky	1. měření		2. měření		Průměry	
	Teplota zesklenní [°C]	Teplota degradace [°C]	Teplota zesklenní [°C]	Teplota degradace [°C]	Teplota zesklenní [°C]	Teplota degradace [°C]
<b>Pe</b>	60,5	205,2	61,1	207,9	60,8	206,6
<b>P0</b>	60,5	205,2	63,8	245,3	62,1	225,3
<b>P10</b>	53,2	213,0	62,5	212,9	57,9	212,9
<b>P20</b>	60,2	215,5	62,8	199,7	61,5	207,6
<b>P30</b>	64,0	264,2	63,8	213,1	63,9	238,7
<b>P40</b>	58,8	248,9	66,0	226,4	62,4	237,7
<b>P50</b>	59,0	241,2	64,0	232,8	61,5	237,0
<b>P60</b>	68,3	248,6	64,5	232,8	66,4	240,7
<b>P70</b>	63,8	263,6	64,8	220,4	64,3	242,0
<b>P80</b>	66,0	235,1	68,8	236,4	67,4	235,7

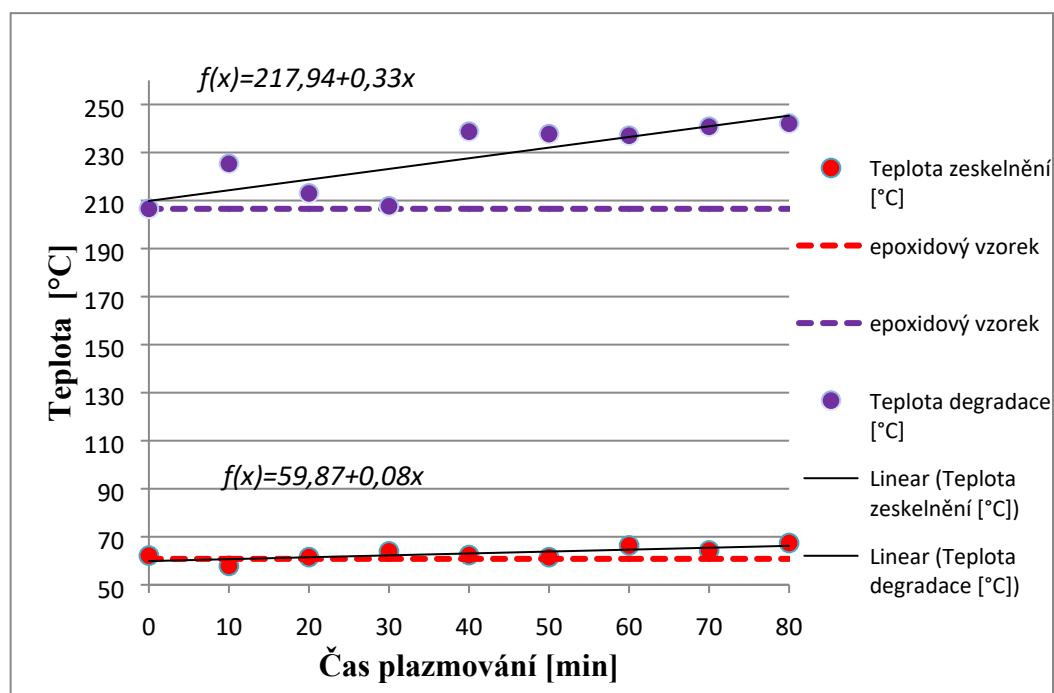
Pro větší přehled se udělala základní statistika naměřených průměrných hodnot na přístroji DSC. Toto statistické vyhodnocení lze vidět v tabulce č. 8. Spočítal se průměr, rozptyl, směrodatná odchylka, minimum a maximum hodnot, medián a 95% interval spolehlivosti. Minimální hodnota teploty zesklenní první série je 57,9 °C a maximální je 67,4 °C. Nejnižší hodnotu teploty zesklenní první série má vzorek P10, kdežto nejvyšší hodnotu má vzorek P80. Průměrná hodnota teploty zesklenní je

62,8 °C a rozptyl dat je 7,0. Rozptyl říká, jak moc jsou data vychýlena od střední hodnoty. Čím je rozptyl nižší, tím je to lepší. 95% interval spolehlivosti pro teplotu tání je v rozmezí 60,8 °C do 64,9 °C. U teploty degradace je minimální hodnota 206,6 °C a maximum 242 °C. Nejmenší hodnotu má vzorek Pe, a nejvyšší vzorek P70. Průměrná hodnoty teploty degradace je 228,3 °C, a směrodatná odchylka je 14,2. Interval spolehlivosti je 218,1 °C až 238,8 °C.

Tabulka 8 - Statistické vyhodnocení průměrných hodnot naměřených na přístroji DSC

	<b>Teplota zesklenní [°C]</b>	<b>Teplota degradace [°C]</b>
<b>Průměr</b>	62,8	228,4
<b>Rozptyl</b>	7,0	181,3
<b>Směr. odch.</b>	2,8	14,2
<b>Var. koef.</b>	4,4	6,2
<b>Minimum</b>	57,9	206,6
<b>Maximum</b>	67,4	242,0
<b>Medián</b>	62,3	236,4
<b>95% IS-dolní</b>	60,8	218,1
<b>95% IS - horní</b>	64,9	238,8

Na grafu (viz obrázek č. 32) jsou vidět průměrné hodnoty teploty zesklenní a teploty degradace první série vnesené do grafu, aby se zjistilo, zda je mezi hodnotami nějaký trend, zda jsou hodnoty lineární či nikoliv. Je vyneseno graf průměrných hodnot. Graf jednotlivých měření je v příloze. Výsledné hodnoty byly popsány výše, u tabulky se statistickým vyhodnocením. Lze vidět, že teploty zesklenní se pohybují v rozmezí 57 až 67 °C. Výrazně se od sebe neliší. O datech teploty degradace nelze říci, že mají lineární průběh. Linearitu lze vidět od vzorku P30, vzorky Pe, P0a P10 a P20 mají poněkud menší rozdíly. Na grafu lze též vidět rovnice a proložení přímkou, jejíž parametry se spočítaly pomocí metody nejmenších čtverců.



Obrázek 32 - Porovnání hodnot teplot zesklenní a teplot degradace na první sérii vzorků změřených na přístroji DSC.

### 3.2.2 2. série DSC

V této kapitole jsou uvedeny naměřené hodnoty na přístroji DSC na druhé sérii vzorků. V tabulce č. 9 lze vidět tyto data. Jsou zde uvedeny hodnoty prvního měření, druhého měření a průměrné hodnoty teplot zesklenní a teplot degradace u jednotlivých vzorků.

Tabulka 9 - Hodnoty naměřené na přístroji DSC u první série vzorků

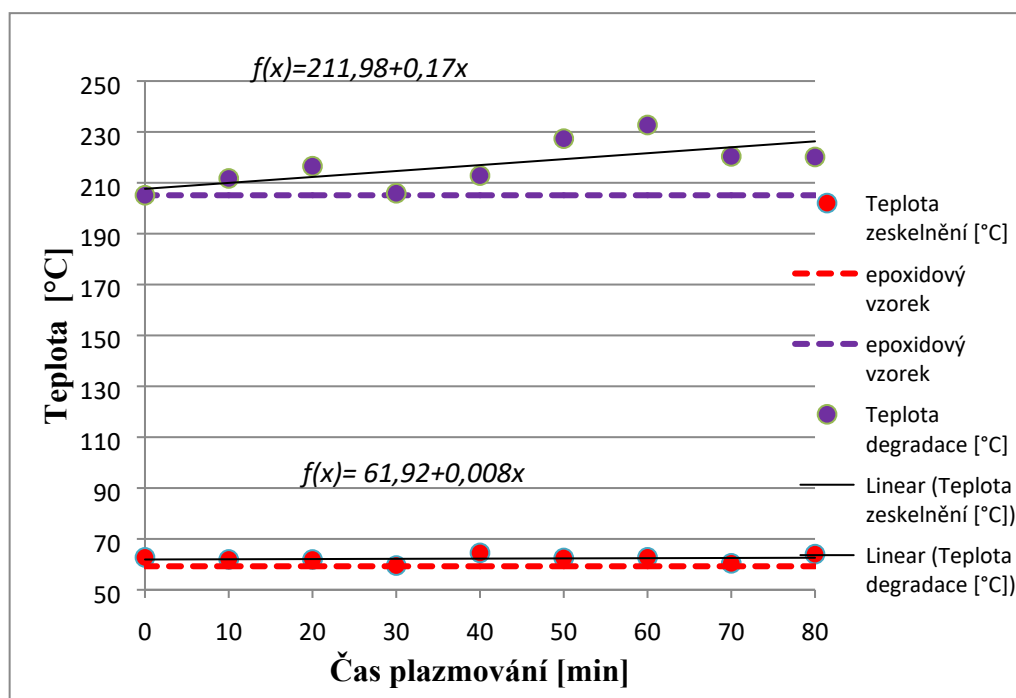
Vzorky	1. měření		2. měření		Průměry	
	Teplota zesklenní [°C]	Teplota degradace [°C]	Teplota zesklenní [°C]	Teplota degradace [°C]	Teplota zesklenní [°C]	Teplota degradace [°C]
Pe	58,9	206,3	59,6	203,9	59,3	205,1
P0	60,5	205,2	65,0	218,2	62,7	211,7
P10	59,8	222,7	64,1	210,3	61,9	216,5
P20	61,5	223,1	62,3	188,7	61,9	205,9
P30	57,3	218,4	61,8	207,3	59,5	212,8
P40	65,5	240,4	63,5	214,3	64,5	227,4
P50	61,5	249,5	63,5	215,9	62,5	232,7
P60	62,0	236,7	63,5	204,1	62,8	220,4
P70	57,5	235,6	63,3	204,7	60,4	220,2
P80	62,5	237,5	65,5	208,2	64,0	222,9

Tabulka č. 10 ukazuje statistiku, která byla provedena na průměrných hodnotách na druhé sérii vzorků. Kde lze vidět, že minimální hodnota teploty zesklenní u druhé série je 59,3 °C a maximum je 64,5 °C. Průměrná teplota zesklenní je 62 °C. Nejnížší hodnotu má vzorek Pe a nejvyšší vzorek P40. Rozptyl je 2,8. Což je o poznání menší než u první série, kde byl 7,0. Lze tedy říci, že rozptýlení dat od střední hodnoty u druhé série je lepší, je menší rozptyl. 95% interval spolehlivosti je 60,7 °C až 63,2 °C. U teploty degradace v druhé sérii je minimální hodnota 205,9 °C, tu má vzorek P20 a maximální hodnota 232,7 °C pro vzorek P50. Průměrná hodnota teploty degradace je 217,6 °C. Rozptyl je 71,8, což je oproti první sérii o více jak polovinu menší. Data druhé série jsou tedy lepší, než série první. Interval spolehlivosti je v rozmezí 211,0 °C až 224,1 °C.

Tabulka 10 – Statistické vyhodnocení průměrných hodnot naměřených na přístroji DSC druhé série vzorků

	<b>Teplota zesklenní [°C]</b>	<b>Teplota degradace [°C]</b>
<b>Průměr</b>	62,0	217,6
<b>Rozptyl</b>	2,8	71,8
<b>Směr. odch.</b>	1,8	8,9
<b>Var. koef.</b>	2,8	4,1
<b>Minimum</b>	59,3	205,9
<b>Maximum</b>	64,5	232,7
<b>Medián</b>	62,2	218,3
<b>95% IS-dolní</b>	60,7	211,0
<b>95% IS - horní</b>	63,2	224,1

Na dalším grafu (viz obrázek č. 33) lze vidět hodnoty naměřené na přístroji DSC, ale pro zkoušené vzorky druhé série, a to pro teplotu zesklenní a teplotu degradace. U teploty zesklenní lze vidět opět linearitu, nebo alespoň to, že data se moc nevychylují. Pohybují se v rozmezí 59,3 °C do 64,5 °C. Pohybují se jen v blízkosti vzorku z epoxidové pryskyřice. U hodnot degradace si lze všimnout opět vybočujících dat. Nejvíce vydržel vzorek P50, nejméně pak vzorek Pe a P20. I zde lze vidět pro obě série spočítanou rovnici metody nejmenších čtverců a následné proložení.



Obrázek 33 - Porovnání hodnot teplot zesklenní a teplot degradace na druhé sérii vzorků změřených na přístroji DSC.

### 3.2.3 Celkový souhrn obou sérií DSC

V této kapitole lze vidět průměrná naměřená data z přístroje DSC, které jsou uvedena v tabulce č. 11.

Tabulka 11 – Průměrné hodnoty z obou sérií z přístroje DSC.

Vzorky	Teplota zesklenní [°C]	Teplota degradace [°C]
Pe	60,0	205,8
P0	62,4	218,5
P10	59,9	214,7
P20	61,7	206,8
P30	61,7	225,7
P40	63,4	232,5
P50	62,0	234,9
P60	64,6	230,5
P70	62,3	231,1
P80	65,7	229,3

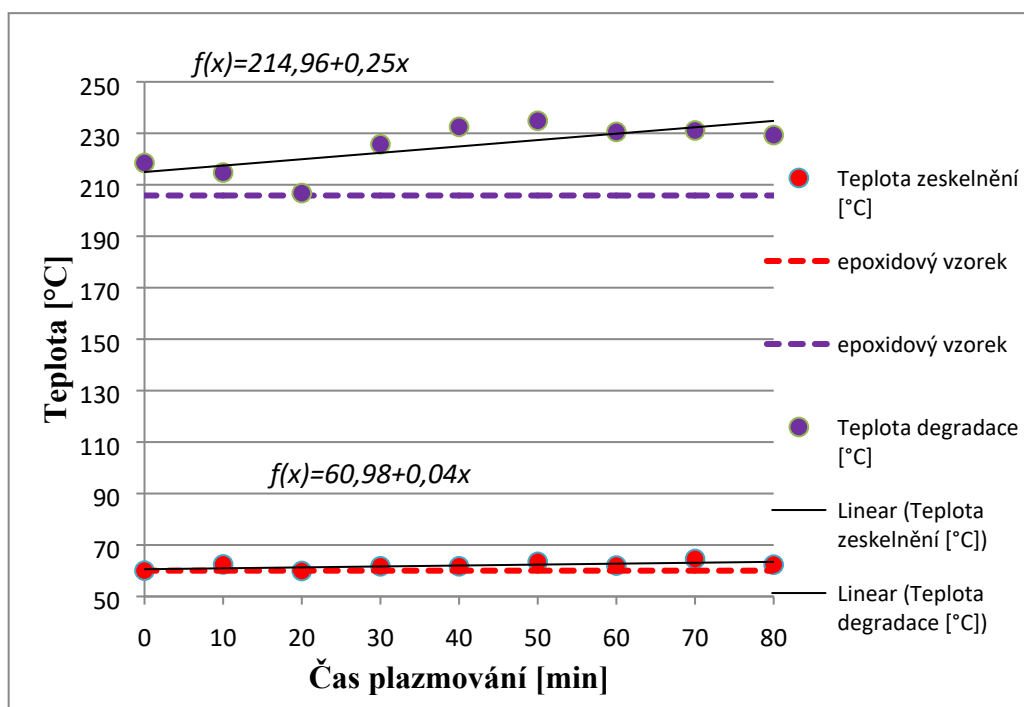
Tabulka č. 12 říká, jaké je statistické vyhodnocení průměrných hodnot. Kde lze vidět, že u teploty zesklenní je minimální hodnota 59,9 °C vzorku P10, maximální hodnota je 65,7 °C pro vzorek P80. Průměrná hodnota teploty zesklenní je

62,4 °C. Rozptyl je 3,0, což značí, že data nejsou skoro rozptýlena od střední hodnoty. Interval spolehlivosti leží v rozmezí 60,9 °C až 63,9 °C. U teploty degradace je průměrná hodnota 223 °C, minimum je 205,8 a maximum je 234,9 °C. Minimum je pro hodnotu  $P_e$  a maximum náleží hodnotě  $P_{50}$ . Rozptyl je trochu vyšší než u druhého měření, ale o dost menší, než u měření prvního. 95% interval spolehlivosti je 214,2 °C až 231,8 °C.

Tabulka 12 - Statistické vyhodnocení průměrných teplot tání a teplot degradace

	Teplota zesklenní [°C]	Teplota degradace [°C]
<b>Průměr</b>	62,4	223,0
<b>Rozptyl</b>	3,0	104,8
<b>Směr. odch.</b>	1,8	10,8
<b>Var. koef.</b>	2,9	4,8
<b>Minimum</b>	59,9	205,8
<b>Maximum</b>	65,7	234,9
<b>Medián</b>	62,2	229,3
<b>95% IS-dolní</b>	60,9	214,2
<b>95% IS - horní</b>	63,9	231,8

Na obrázku č. 34 je vyobrazen graf celkových průměrných hodnot teplot zesklenní naměřených na přístroji DSC. Teploty zesklenní mají lineární směr. Žádná hodnota nijak zvlášť nevybočuje. Lze tedy říci, že plazmování nemá vliv na teplotu zesklenní, všechny vzorky mají hodnotu velmi podobnou. Kdežto teplota degradace linearitu neprokazuje. Nejvíce vybočuje vzorek P20, který vybočuje v každém měření na přístroji DSC. Mimo něj by se dalo říci, že teplota degradace by lineární byla. A lze říci, že vliv plasmu je na teplotu degradace patrný. Opět je možno vidět rovnici závislosti, která se získala spočítáním metody nejmenších čtverců pro obě teploty.



Obrázek 34 – Souhrnné porovnání obou sérií pro teplotu zesklnění a teplotu degradace změřených na přístroji DSC.

### 3.3 TMA

I z přístroje TMA se data musí dopočítat. Dopočítává se koeficient teplotní roztažnosti. Aby se dopočítalo této veličiny, je třeba si z grafu vyhledat potřebná data. Pro výpočet je třeba znát počáteční délku  $l_0$ , počáteční teplotu  $t_0$ , poté změnu délky a změnu teploty, která se v počítači nazývá funkcí „creep“. Z těchto hodnot se již dopočítají potřebné hodnoty pro výpočet koeficientu teplotní roztažnosti. Vzorec pro výpočet koeficientu teplotní roztažnosti byl uveden výše, v kapitole teplotní roztažnosti. Pro každý vzorek se spočítaly dva koeficienty teplotní roztažnosti, a to celkový a v průběhu měření, od začátku měření do oblasti teploty zesklnění. V této oblasti se začne vzorek skokově měnit, v důsledku volných molekul ve struktuře.

Tato kapitola je opět rozdělena na první sérii, druhou sérii a celkové vyhodnocení obou sérií.

### 3.3.1 1. série TMA

Jelikož pro výpočet koeficientu teplotní roztažnosti je za potřebí spousty dat, celé tabulky těchto hodnot jsou uvedeny v příloze. Jsou zde uvedeny hodnoty počáteční délky a počáteční teploty, dále změna délky, konečná teplota a změna délky po zahřátí, dopočítaná změna teploty. A v posledním sloupci je uveden dopočítaný koeficient teplotní roztažnosti. Každé měření má dvě tabulky, pro hodnoty získané od začátku měření do teploty skelného přechodu a pro celkový koeficient teplotní roztažnosti.

V tabulce č. 13 jsou uvedeny jen průměrné hodnoty koeficientů teplotní roztažnosti, jak pro první koeficient, kdy se počítal od začátku měření do hodnoty teploty zesklenní, tak pro druhý koeficient, který je pro celkové měření zkoušeného vzorku.

Tabulka 13 – Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti pro první sérii vzorků

	Oblast do teploty zesklenní	Celkový koeficient
	$\lambda$ [K <sup>-1</sup> ]	$\lambda$ [K <sup>-1</sup> ]
<b>Pe</b>	-5,52.10 <sup>-5</sup>	-6,29.10 <sup>-5</sup>
<b>P0</b>	-3,65.10 <sup>-5</sup>	1,31.10 <sup>-5</sup>
<b>P10</b>	-6,77.10 <sup>-5</sup>	-3,80.10 <sup>-5</sup>
<b>P20</b>	-5,08.10 <sup>-5</sup>	-6,35.10 <sup>-5</sup>
<b>P30</b>	-1,27.10 <sup>-4</sup>	-7,20.10 <sup>-5</sup>
<b>P40</b>	-6,93.10 <sup>-5</sup>	-4,65.10 <sup>-6</sup>
<b>P50</b>	-7,26.10 <sup>-5</sup>	-3,38.10 <sup>-5</sup>
<b>P60</b>	-7,04.10 <sup>-5</sup>	-3,79.10 <sup>-5</sup>
<b>P70</b>	-5,90.10 <sup>-5</sup>	-5,38.10 <sup>-5</sup>
<b>P80</b>	-6,26.10 <sup>-5</sup>	1,72.10 <sup>-6</sup>

Tabulka č. 14 ukazuje statistické vyhodnocení koeficientů tepelné roztažnosti prvních série vzorků. Je spočítán aritmetický průměr, rozptyl hodnot, směrodatná odchylka, minimální a maximální hodnota, medián, a 95% interval spolehlivosti. Hodnoty jsou velmi malé. Proto jsou v matematickém zápise.



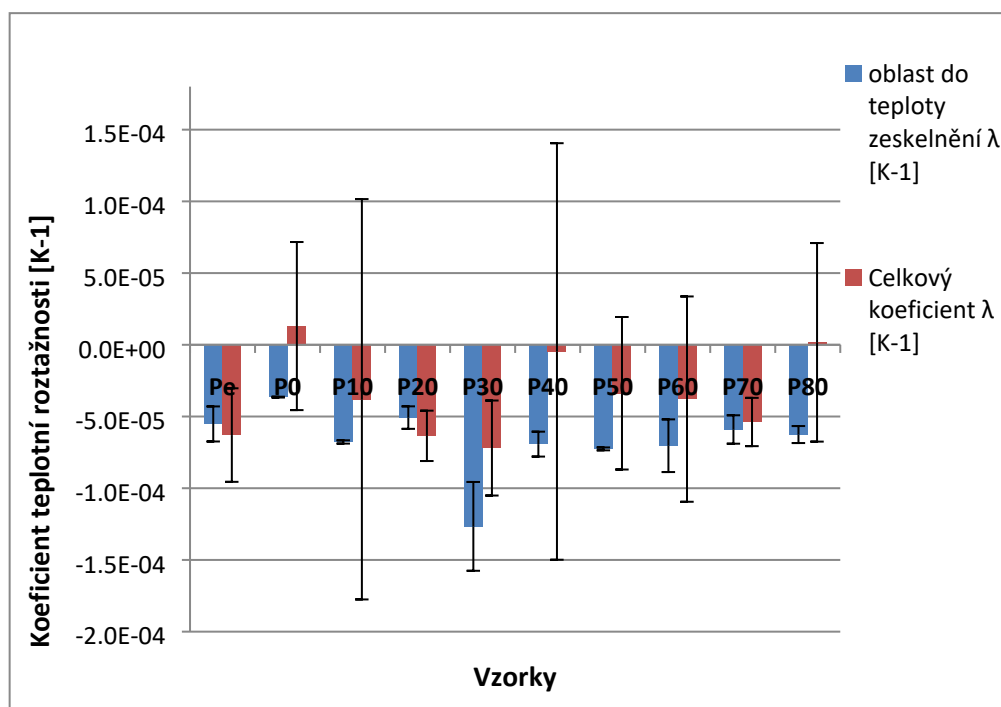
Tabulka 14 – Statistické vyhodnocení koeficientů tepelné roztažnosti z první série vzorků

Statistika	Oblast do teploty zeskelnění	Celkový koeficient
	$\lambda$ [K <sup>-1</sup> ]	$\lambda$ [K <sup>-1</sup> ]
<b>Průměr</b>	$-6,71 \cdot 10^{-5}$	$-3,52 \cdot 10^{-5}$
<b>Rozptyl</b>	$5,02 \cdot 10^{-10}$	$7,91 \cdot 10^{-10}$
<b>Směr.odch.</b>	$2,36 \cdot 10^{-5}$	$2,96 \cdot 10^{-5}$
<b>Minimum</b>	$-1,27 \cdot 10^{-4}$	$-7,20 \cdot 10^{-5}$
<b>Maximum</b>	$-3,65 \cdot 10^{-5}$	$1,31 \cdot 10^{-5}$
<b>Medián</b>	$-6,52 \cdot 10^{-5}$	$-3,79 \cdot 10^{-5}$
<b>Konfidence</b>	$1,69 \cdot 10^{-5}$	$2,12 \cdot 10^{-5}$
<b>95%IS-d</b>	$-8,39 \cdot 10^{-5}$	$-5,64 \cdot 10^{-5}$
<b>95%IS-h</b>	$-5,02 \cdot 10^{-5}$	$-1,40 \cdot 10^{-5}$

Průměrná hodnota prvního koeficientu tepelné roztažnosti, od začátku měření do teploty skleného přechodu, je  $-6,71 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ , rozptyl je  $5,02 \cdot 10^{-10} \text{ K}^{-1}$ . Minimální hodnota je  $-0,27 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ , která patří vzorku P30, maximální hodnota patří vzorku P0, a je velikosti  $-3,65 \cdot 10^{-5}$ . Střední hodnota, medián, je  $-6,52 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ . Konfidence je  $1,69 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ , tudíž 95% interval spolehlivosti je od  $-8,39 \cdot 10^{-5}$  do  $-5,02 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ . Hodnoty prvního koeficientu tepelné roztažnosti jsou všechny minusové, protože se všechny vzorky zmenšily. U celkového koeficientu jsou i kladná čísla, protože v konečné fázi se některé vzorky zvětšily.

Průměrná hodnota celkového koeficientu tepelné roztažnosti je  $-3,52 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$  a rozptyl hodnot je  $7,91 \cdot 10^{-10} \text{ K}^{-1}$ . Minimální hodnota je  $-7,20 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$  a patří vzorku P30, maximální hodnota je  $1,31 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$  pro P0. Medián má hodnotu  $-3,79 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ . Hodnota konfidence je  $2,12 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ , proto 95% interval spolehlivosti je  $-5,64 \cdot 10^{-5}$  až  $-1,40 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ .

Jak lze vidět z obrázku č. 35, na kterém jsou zobrazeny hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti, vzorky první série se zmenšovaly, než zvětšovaly. Kromě jediného vzorku, P0, kdy celkový koeficient teplotní roztažnosti je kladný, a jako jediný vzorek této série se roztáhl.



Obrázek 35 – Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti pro první sérii

### 3.3.2 2. série TMA

V tabulce č. 15 lze vidět hodnoty obou spočítaných koeficientů teplotní roztažnosti pro druhou sérii. Opět celá tabulka, se všemi potřebnými údaji pro výpočet, je dána do přílohy.

Tabulka 15 - Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti pro druhou sérii vzorků

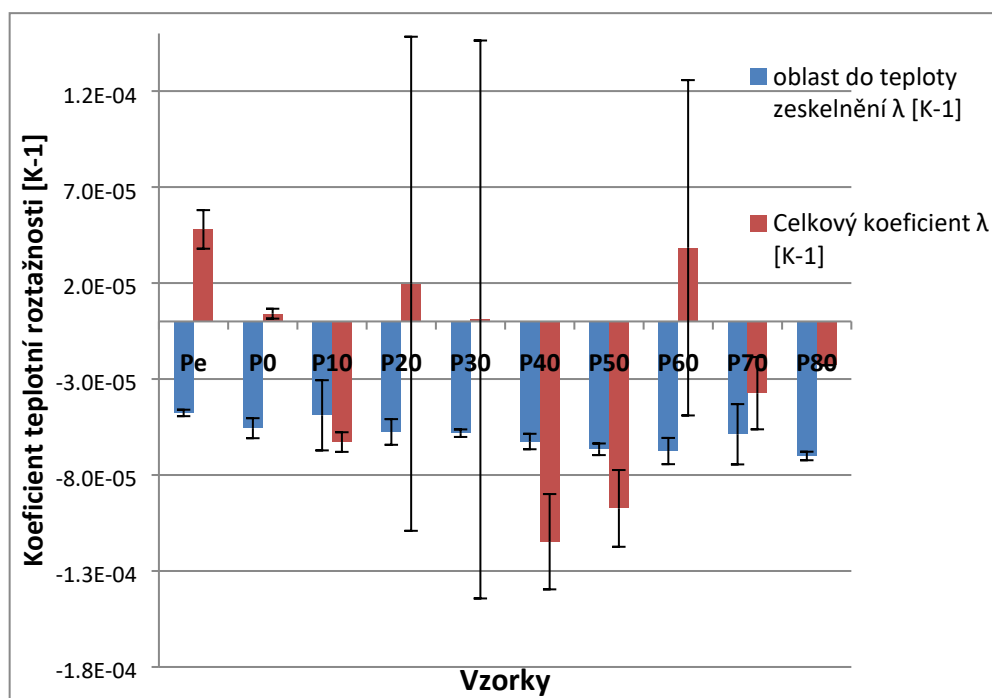
	Oblast do teploty zesklennění	Celkový koeficient
Vzorek	$\lambda$ [K-1]	$\lambda$ [K-1]
Pe	-4,77.10 <sup>-5</sup>	4,79.10 <sup>-5</sup>
P0	-5,56.10 <sup>-5</sup>	4,05.10 <sup>-6</sup>
P10	-4,89.10 <sup>-5</sup>	-6,28.10 <sup>-5</sup>
P20	-5,76.10 <sup>-5</sup>	1,96.10 <sup>-5</sup>
P30	-5,82.10 <sup>-5</sup>	1,02.10 <sup>-6</sup>
P40	-6,26.10 <sup>-5</sup>	-1,15.10 <sup>-4</sup>
P50	-6,66.10 <sup>-5</sup>	-9,74.10 <sup>-5</sup>
P60	-6,75.10 <sup>-5</sup>	3,84.10 <sup>-5</sup>
P70	-5,88.10 <sup>-5</sup>	-3,74.10 <sup>-5</sup>
P80	-7,01.10 <sup>-5</sup>	-2,28.10 <sup>-5</sup>

Pro větší přehled se opět udělalo statistické vyhodnocení těchto hodnot, které lze vidět v tabulce č. 16. Průměrná hodnota prvního koeficientu teplotní roztažnosti je  $-5,93 \cdot 10^{-5}$  a rozptyl dat je  $5,10 \cdot 10^{-11}$ . Což jsou velmi podobné hodnoty, jako u první série. Minimální hodnota je  $-7,01 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$  patřící vzorku P80, maximální hodnota je  $-4,77 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$  pro vzorek Pe. Střední hodnota je  $-5,85 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ . Konfidence pro první koeficient teplotní roztažnosti je  $5,38 \cdot 10^{-6}$ , 95% interval spolehlivosti je tedy v rozhraní  $-6,47 \cdot 10^{-5}$  do  $-5,40 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ .

Tabulka 16 - statistické vyhodnocení koeficientů tepelné roztažnosti druhé série

Statistika	Oblast do teploty zeskelnění	Celkový koeficient
	$\lambda \text{ [K}^{-1}\text{]}$	$\lambda \text{ [K}^{-1}\text{]}$
<b>Průměr</b>	$-5,93 \cdot 10^{-5}$	$-2,24 \cdot 10^{-5}$
<b>Rozptyl</b>	$5,10 \cdot 10^{-11}$	$2,77 \cdot 10^{-9}$
<b>Směr.odch.</b>	$7,53 \cdot 10^{-6}$	$5,54 \cdot 10^{-5}$
<b>Minimum</b>	$-7,01 \cdot 10^{-5}$	$-1,15 \cdot 10^{-4}$
<b>Maximum</b>	$-4,77 \cdot 10^{-5}$	$4,79 \cdot 10^{-5}$
<b>Medián</b>	$-5,85 \cdot 10^{-5}$	$-1,09 \cdot 10^{-5}$
<b>Konfidence</b>	$5,38 \cdot 10^{-5}$	$3,97 \cdot 10^{-5}$
<b>95%IS-d</b>	$-6,47 \cdot 10^{-5}$	$-6,21 \cdot 10^{-5}$
<b>95%IS-h</b>	$-5,40 \cdot 10^{-5}$	$1,72 \cdot 10^{-5}$

Na obrázku 36 lze vidět graf popisující koeficienty teplotní roztažnosti, jak celkový koeficient, tak koeficient pro oblast od začátku měření do teploty skelného přechodu. U druhé série je možno spatřit, že má více kladných hodnot, tedy více vzorků se zvětšilo. U první série to byl pouze jeden vzorek. U druhé série to je 5 vzorků, Pe, P0, P20, P30 a P60.



Obrázek 36 - Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti druhé série

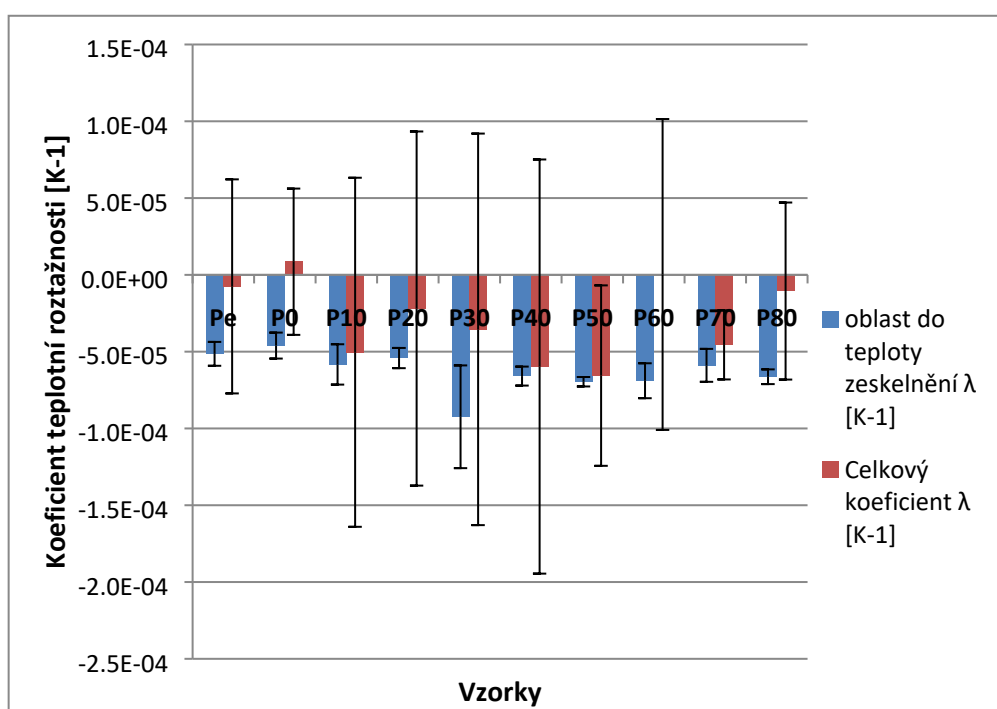
### 3.3.3 Celkový souhrn obou sérií TMA

V této kapitole je shrnuto vyhodnocení obou dvou kapitol. Všechna data z první a druhé série zprůměrovala. V tabulce č. 17 je možno tyto hodnoty koeficientů tepelné roztažnosti vidět.

Tabulka 17 - Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti pro obě série vzorků

	Oblast do teploty zesklnění	Celkový koeficient
	$\lambda$ [K-1]	$\lambda$ [K-1]
<b>Pe</b>	-5,14.10 <sup>-5</sup>	-7,50.10 <sup>-6</sup>
<b>P0</b>	-4,60.10 <sup>-5</sup>	8,56.10 <sup>-6</sup>
<b>P10</b>	-5,83.10 <sup>-5</sup>	-5,04.10 <sup>-5</sup>
<b>P20</b>	-5,42.10 <sup>-5</sup>	-2,19.10 <sup>-5</sup>
<b>P30</b>	-9,24.10 <sup>-5</sup>	-3,55.10 <sup>-5</sup>
<b>P40</b>	-6,59.10 <sup>-5</sup>	-5,97E.10 <sup>-5</sup>
<b>P50</b>	-6,96.10 <sup>-5</sup>	-6,56.10 <sup>-5</sup>
<b>P60</b>	-6,89.10 <sup>-5</sup>	2,53.10 <sup>-7</sup>
<b>P70</b>	-5,89.10 <sup>-5</sup>	-4,56.10 <sup>-5</sup>
<b>P80</b>	-6,63.10 <sup>-5</sup>	-1,05.10 <sup>-5</sup>

Obrázek č. 37 ukazuje průměrné hodnoty koeficientů roztažnosti. Po průměrování lze vidět, že pouze dvě hodnoty nabývají kladných hodnot, pouze dva vzorky se zvětšily. Zvětšil se vzorek P0 a P60. Ostatní vzorky se zmenšily. Nejvíce se zmenšil vzorek P40 a P50, podle celkového koeficientu tepelné roztažnosti. Podle prvního koeficientu tepelné roztažnosti je nejvíce zmenšil vzorek P30, následně vzorek P50, P60 a P80. Zmenšení vzorků mohlo být zapříčiněno vzduchem v kompozitním materiálu. Kdy při ohřevu mohlo dojít ke zmenšení vzduchové bubliny a tím ke zmenšení vzorku. Kompozitní materiály mají černou barvu, proto nelze vidět, zda vzduchové bubliny jsou či nikoli.



Obrázek 37 - Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti pro obě série

### 3.4 Souhrn výsledků všech metod měření

Pro přehled se vyrobily tabulky č. 18 a 19 se všemi získanými hodnotami ze všech měřených metod a ze všech zkoušených vzorků.

U metody DSC, diferenciální skenovací kalorimetrie, kde se zkoumala teplota zesklňování a degradace. Hodnoty teploty zesklňování si jsou velmi podobné a není patrný žádný trend. Teplota zesklňování se pohybovala v rozmezí 59,9 do 65,7 °C. U hodnot degradace je teplotní závislost patrná. A lze říci, že čím více je vzorek oplazmovaný, tím má vyšší teplotu degradace. Tím větší teplotní namáhání vydrží.

Pomocí metody TMA, termomechanické analýzy, se zkoumaly koeficienty teplotní roztažnosti. Počítaly se dva koeficienty, konečný koeficient teplotní roztažnosti pro celkové měření. Druhý koeficient se počítal od začátku měření do teploty skelného přechodu. Hodnoty celkového koeficientu se výrazně liší, 2 vzorky se zvětšili, zbytek vzorků se zmenšil. Což mohlo být následkem úpravy chemické struktury, která se zahřátím změnila. V kompozitním materiálu mohl být vzduch, a přeorientováním struktury se vzduch mohl vytlačit a tím pádem se vzorek zmenšil. Koeficient teplotní roztažnosti počítaný do oblasti skelného přechodu mírně klesá, až na vybočující vzorek P30, jehož koeficient byl velmi malý oproti ostatním vzorkům. Ale u celkového koeficientu žádný trend vidět nelze. Plazma nemá žádný vliv na konečný koeficient teplotní roztažnosti.

Metoda DMA, dynamicko-mechanická analýza, počítá ztrátový koeficient a komplexní modul pružnosti. Potvrdilo se, že se správně nastavila sinusoida, a ztrátový koeficient rostl a komplexní modul pružnosti klesal. Ale plazmatická úprava tento stav nezměnila, plazmatické částice nezvyšují mechanické vlastnosti.

Tabulka 18 - Souhrnná data ze všech metod I., DSC, TMA

Vzorek	DSC				TMA			
	Teplota zeskelnění [°C]	Konfid.	Teplota degradace [°C]	Konfid.	Oblast do teploty zeskelnění	Konfid.	Celkový koeficient teplotní roztažnosti	Konf.
<b>Pe</b>	60,0	0,7	205,8	1,2	$-5,14 \cdot 10^{-5}$	$7,77 \cdot 10^{-6}$	$-7,50 \cdot 10^{-6}$	$4,98 \cdot 10^{-5}$
<b>P0</b>	62,4	1,6	218,5	13,5	$-4,60 \cdot 10^{-5}$	$8,45 \cdot 10^{-6}$	$8,56 \cdot 10^{-6}$	$3,41 \cdot 10^{-5}$
<b>P10</b>	59,9	3,4	214,7	3,9	$-5,83 \cdot 10^{-5}$	$1,31 \cdot 10^{-5}$	$-5,04 \cdot 10^{-5}$	$8,13 \cdot 10^{-5}$
<b>P20</b>	61,7	0,8	206,8	11,1	$-5,42 \cdot 10^{-5}$	$6,59 \cdot 10^{-6}$	$-2,19 \cdot 10^{-5}$	$8,25 \cdot 10^{-5}$
<b>P30</b>	61,7	2,2	225,7	18,6	$-9,24 \cdot 10^{-5}$	$3,34 \cdot 10^{-5}$	$-3,55 \cdot 10^{-5}$	$9,12 \cdot 10^{-5}$
<b>P40</b>	63,4	2,4	232,5	10,9	$-6,59 \cdot 10^{-5}$	$6,18 \cdot 10^{-6}$	$-5,97 \cdot 10^{-5}$	$9,64 \cdot 10^{-5}$
<b>P50</b>	62,0	1,6	234,9	10,3	$-6,96 \cdot 10^{-5}$	$3,08 \cdot 10^{-6}$	$-6,56 \cdot 10^{-5}$	$4,20 \cdot 10^{-5}$
<b>P60</b>	64,6	1,9	230,5	13,5	$-6,89 \cdot 10^{-5}$	$1,14 \cdot 10^{-5}$	$2,53 \cdot 10^{-7}$	$7,24 \cdot 10^{-5}$
<b>P70</b>	62,3	2,3	231,1	18,0	$-5,89 \cdot 10^{-5}$	$1,07 \cdot 10^{-5}$	$-4,56 \cdot 10^{-5}$	$1,61 \cdot 10^{-5}$
<b>P80</b>	65,7	1,8	229,3	10,1	$-6,63 \cdot 10^{-5}$	$4,79 \cdot 10^{-6}$	$-1,05 \cdot 10^{-5}$	$4,12 \cdot 10^{-5}$

Tabulka 19 – Souhrnná tabulka všech metod II. - DMA

Vzorek	DMA							
	Modul pružnosti [MPa]		Konfidence		Ztrátový koeficient [-]		Konfidence	
	Začátek měření	Konec měření	Začátek měření	Konec měření	Začátek měření	Konec měření	Začátek měření	Konec měření
<b>Pe</b>	3191	1312	475	627	0,034	0,277	0,042	0,001
<b>P0</b>	4347	1850	627	360	0,034	0,227	0,001	0,024
<b>P10</b>	3339	1603	360	266	0,034	0,204	0,023	0,001
<b>P20</b>	3281	1474	266	157	0,036	0,234	0,001	0,042
<b>P30</b>	3592	1349	157	245	0,035	0,294	0,041	0,002
<b>P40</b>	3501	1375	245	199	0,040	0,267	0,002	0,053
<b>P50</b>	3723	1378	199	91	0,036	0,277	0,053	0,002
<b>P60</b>	3672	1386	91	174	0,035	0,263	0,001	0,037
<b>P70</b>	3495	1398	174	98	0,034	0,255	0,037	0,001
<b>P80</b>	3495	1325	98	108	0,037	0,259	0,001	0,020

## 4 Závěr

Cílem této práce bylo ověřit vliv plazmování uhlíkových částic na výsledné termické vlastnosti kompozitních materiálů z nich vyrobených. A zjistit, zda pomocí plazmatické úpravy budou mít kompozitní materiály lepší mechanické a termické vlastnosti. Vzorky byly podrobeny zkouškám, DMA – dynamicko-mechanická analýza, DSC – diferenciální skenovací kalorimetrie a TMA termomechanická analýza.

Metodou DMA se měřil třibodový ohyb, kdy se zjišťoval komplexní modul pružnosti a ztrátový koeficient. Komplexní modul pružnosti klesal, plazma tedy má vliv na mechanické vlastnosti, bohužel negativní.

Pomocí metody DSC se zjišťovala teplota zesklenní a teplota degradace vzorků. Plazmatická úprava na teplotu zesklenní vliv neměla. Hodnoty byly velmi podobné a jejich rozdíl nebyl statisticky významný. Vliv plazmy byl patrný při teplotě degradace. Zde lze říci, že teplotní odolnost je lepší. Čím více je vzorek oplazmovaný, tím má vyšší teplotu degradace.

Pomocí metody TMA se měří koeficient teplotní roztažnosti. V této práci se měřily dva koeficienty. První koeficient teplotní roztažnosti se počítal od začátku měření, do teploty skelného přechodu. Druhý koeficient byl celkový. Pomocí této metody se zjistilo, že se vzorky spíše sráží, než zvětšují. V některých případech bylo zmenšení velmi výrazné. Což není žádoucí. Zde tedy plazmatická úprava také není vhodná.

Z těchto údajů lze tedy říci, že předpoklad zlepšení termomechanických vlastností kompozitního materiálu vlivem plazmování výztuže se nepotvrdil, kompozitní materiály nemají lepší mechanické ani termické vlastnosti díky plazmatické úpravě. Současně probíhala další měření na vyrobených vzorcích kompozitů, která však nejsou předmětem této diplomové práce. Při měření elektrických vlastností bylo potvrzeno, že plazmování nemá vliv na jejich zlepšení, a ani při testování na Charpyho kladivu, kde se zkouší vrubová houževnatost, plazma nevykazuje zlepšení vlastností. Plazmování tedy nepřináší kýžený efekt.

Již takto byl experiment velmi časově náročný, proto jsou zde uvedeny další návrhy, jak pokračovat v experimentu. Jedním z doporučení pro další experiment by mohlo být použití stejné plazmy, ale s jinou koncentrací pryskyřice a tvrdidla.



Kompozitní materiál by poté mohl mít jiné vlastnosti. Dalším experimentem by mohlo být použití jiné pryskyřice s jinými vlastnostmi. Posledním doporučením je použití jiné plazmy. V této práci bylo použito kyslíkovo vodíkového plazmatu, který mohl být moc silný. Proto by byla zřejmě vhodnější plazma vyráběná pomocí dusíku, která není tak silná a agresivní.

## 5 Seznam použité literatury

- [1] *Syntetické makromolekulární látky*, [online]. [cit. 2018-09-12]. Dostupné z: <http://ftp.mgo.opava.cz/pust/Synteticke%20polymery.pdf>.
- [2] *Základní pojmy v oboru makromolekulární chemie*, [online]. [cit. 2018-09-12]. Dostupné z: [https://is.muni.cz/el/1431/podzim2009/C4120/MakromolekularniChemie\\_09.pdf?lang=en;so=nx;objem=1](https://is.muni.cz/el/1431/podzim2009/C4120/MakromolekularniChemie_09.pdf?lang=en;so=nx;objem=1).
- [3] *Plasty a jejich zpracovatelské vlastnosti*, [online]. [cit. 2018-09-13]. Dostupné z: [http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta\\_tkp/sekce\\_plasty/01.htm](http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta_tkp/sekce_plasty/01.htm).
- [4] MACHEK, Václav a Jaromír SODOMKA. *Polymery a kompozity s polymerní matricí. Nauka o materiálu – 4. část*. Praha 6: Nakladatelství ČVUT, 2008. ISBN 978-80-01-03927-4.
- [5] *Polymery*, [online]. [cit. 2018-09-18]. Dostupné z: <http://mech.fd.cvut.cz/members/malinovsky/materialy/Polymery%20-%20komplet.pdf>.
- [6] *Chemická vazba*, [online]. [cit. 2018-09-18]. Dostupné z: <http://www.e-chembook.eu/cz/obecna-chemie/Chemicka-vazba.pdf>.
- [7] *Techmania Science Center*, [online]. [Cit. 2018-09-20]. Dostupné z: <https://edu.techmania.cz/cs/veda-v-pozadi/983>.
- [8] *Typy vazeb mezi atomy*, [online]. c2018. [Cit. 2018-09-25]. Dostupné z: [https://www.wikiskripta.eu/w/Typy\\_vazeb\\_mezi\\_atomy](https://www.wikiskripta.eu/w/Typy_vazeb_mezi_atomy).
- [9] *Termodynamika*, [online]. c2009. [Cit. 2018-09-27]. Dostupné z: <http://www.omska.cz/Soubory/termodynamika/vdws.html>.
- [10] *Vazebné síly*, [online]. [Cit. 2018-09-28]. Dostupné z: <https://edu.techmania.cz/cs/encyklopedie/fyzika/struktura-latek/pevne-latky/vazebne-sily>.
- [11] *Vodíková vazba*, [online]. c2009. [Cit. 2018-10-01]. Dostupné z: [http://www.omska.cz/Soubory/termodynamika/vodikova\\_vazba.html](http://www.omska.cz/Soubory/termodynamika/vodikova_vazba.html).
- [12] *Chemie od A do Z*, [online]. c2016. [Cit. 2018-10-01]. Dostupné z: <http://chemie.g6.cz/?p=216>.
- [13] *Organická chemie: Makromolekulární látky*, [online]. c2012. [Cit. 2018-10-03]. Dostupné z: [https://www.mojechemie.cz/Organick%C3%A1\\_Chemie:Makromolekul%C3%A1rn%C3%ADl%C3%A1tky](https://www.mojechemie.cz/Organick%C3%A1_Chemie:Makromolekul%C3%A1rn%C3%ADl%C3%A1tky).
- [14] PROKOPOVÁ, Irena. *Makromolekulární chemie*. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Praha 2007. ISBN 978-80-7080-662-3.
- [15] TOBOLSKY, V. Arthur. *Vlastnosti a struktura polymerů*. Státní nakladatelství technické literatury. Praha 1963. 978-0-47187-581-9.

- [16] MEISSNER, Bohumil. Fyzikální vlastnosti polymerů. Část první. Fakulta chemické technologie v Praze, Praha 1971. ISBN 978-0-7506-5148-6.
- [17] *Technologie II.*, [online]. [Cit. 2018-10-12]. Dostupné z: [http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta\\_tkp/sekce\\_plasty/01.htm](http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta_tkp/sekce_plasty/01.htm).
- [18] JANČÁŘ, Josef. *Úvod do materiálového inženýrství polymerních kompozitů*. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2003. ISBN 80-214-2443-5.
- [19] *Kompozitní materiály, definice a rozdělení*, [online]. [Cit. 2018-10-14]. Dostupné z: [http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady\\_kmt\\_magistri/KM/Kompozity%20Dad/02defroz.pdf](http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_magistri/KM/Kompozity%20Dad/02defroz.pdf).
- [20] EHRENSTEIN, Gottfried Wilhelm. *Polymerní kompozitní materiály*. Praha 5: Scientia, 2009. ISBN 978-80-86960-29-6.
- [21] *Kompozitní materiály*, [online]. [Cit. 2018-10-15]. Dostupné z: [http://umi.fs.cvut.cz/wp-content/uploads/2014/08/6\\_kompozitni-materialy.pdf](http://umi.fs.cvut.cz/wp-content/uploads/2014/08/6_kompozitni-materialy.pdf).
- [22] *Periodická soustava prvků dle IUPAC. Osobní webové stránky Ladislava Nádherného na VŠCHT Praha* [online]. Praha: VŠCHT Praha, 2017 [cit. 2018-10-15]. Dostupné z: <http://web.vscht.cz/~nadhernl/psp.html>.
- [23] *Ekologické bydlení*, [online]. c2018. [Cit. 2018-10-15]. Dostupné z: <http://www.ekobydleni.eu/zivotni-prostredi/prvni-uloziste-uhliku-v-britanii-bude-stat-u-elektrarny-v-yorkshire>.
- [24] *Povrchové vlastnosti uhlíkových vláken*, [online]. c2018 [Cit. 2018-10-23]. Dostupné z: <http://docplayer.cz/10797731-Povrchove-vlastnosti-uhlikovych-vlaken.html>.
- [25] *Diamant*, [online]. [Cit. 2018-10-23]. Dostupné z: <http://web.natur.cuni.cz/ugmnz/mineral/mineral/diamant.html>.
- [26] LEGENDRE, André. *Uhlíkové materiály: Od černé keramiky k uhlíkovým vláknům*. Praha: Informatorium, 2001. ISBN 80-86073-82-3.
- [27] *Uhlík a jeho modifikace*, [online]. c2018. [Cit. 2018-10-24]. Dostupné z: [http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady\\_kmt\\_magistri/NEkM/NEkM%20Dad/6uhlik.pdf](http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_magistri/NEkM/NEkM%20Dad/6uhlik.pdf).
- [28] *Vazby mezi atomy*, [online]. [Cit. 2018-10-24]. Dostupné z: <https://www.xray.cz/krystalografie/str07c.htm>.
- [29] *Mohsova stupnice tvrdosti*, [online]. c2002. [Cit. 2018-11-02]. Dostupné z: <http://www.converter.cz/tabulky/tvrdost-mohs.htm>.
- [30] *Fullerény*, [online]. [Cit. 2018-11-02]. Dostupné z: <http://ufmi.ft.utb.cz/texty/nano/nano5.pdf>.
- [31] *Turbosquid*, [online]. c2018 [Cit. 2018-11-02]. Dostupné z: <https://www.turbosquid.com/3d-models/carbon-fulleren-model-1164193>.
- [32] *Tepelné vlastnosti polymerů*, [online]. [Cit. 2018-11-05]. Dostupné z: <https://publi.cz/books/180/13.html>.

- [33] *Přechodové teploty polymerů*, [online]. [Cit. 2018-11-05]. Dostupné z: <https://publi.cz/books/180/06.html>.
- [34] *Netkané textilie*, [online]. [Cit. 2018-11-08]. Dostupné z: [https://nanoed.tul.cz/pluginfile.php/1006/mod\\_resource/content/2/Netkan%C3%A9%20textilie-materi%C3%A1ly%201.pdf](https://nanoed.tul.cz/pluginfile.php/1006/mod_resource/content/2/Netkan%C3%A9%20textilie-materi%C3%A1ly%201.pdf).
- [35] *Polymerní materiály*, [online]. [Cit. 2018-11-10]. Dostupné z: [https://www.opi.zcu.cz/download/Polymery\\_2010.pdf](https://www.opi.zcu.cz/download/Polymery_2010.pdf).
- [36] *Degradace polymerů*, [online]. [Cit. 2018-11-10]. Dostupné z: [http://tpm.fsv.cvut.cz/student/documents/files/DSM/DSM\\_10.pdf](http://tpm.fsv.cvut.cz/student/documents/files/DSM/DSM_10.pdf).
- [37] *Teplotní roztažnost pevných materiálů*, [online]. c2012[Cit. 2018-11-10]. Dostupné z: <http://www.fyzika007.cz/struktura-a-vlastnosti-latek/teplotni-roztaznost-pevnnych-teles>.
- [38] *Teplotní roztažnost*, [online]. [Cit. 2018-11-10]. Dostupné z: [http://artemis.osu.cz/fypx1/Balnar/5\\_3.htm](http://artemis.osu.cz/fypx1/Balnar/5_3.htm).
- [39] HES, Luboš a Sluka, Petr. *Úvod do komfortu textilií*. Liberec 2005. ISBN 80-7083-926-0.
- [40] *Co je plasma*, [online]. [Cit. 2018-12-27]. Dostupné z: [https://is.muni.cz/el/1431/podzim2007/F5170/um/Co\\_je\\_plazma\\_zkraceno.pdf](https://is.muni.cz/el/1431/podzim2007/F5170/um/Co_je_plazma_zkraceno.pdf).
- [41] VELINSKÝ, Frederik. *Plazma všude kolem nás*. Planetárium. 2011, 1(36), 2.
- [42] *FusEdWeb, Lightning!*, [online]. [Cit. 2018-12-27]. Dostupné z: [https://fusedweb.pppl.gov/CPEP/Chart\\_Pages/5.Plasmas/Lightning.html](https://fusedweb.pppl.gov/CPEP/Chart_Pages/5.Plasmas/Lightning.html).
- [43] *Laminační pryskyřice L 285*, [online]. [Cit. 2018-11-23]. Dostupné z: <http://www.havel-composites.com/proddocs/TL%20L%20285%20MGS%20a%20tuz%20CZ.pdf>.
- [44] *EasyComposites, Milled Carbon Fibre Powder*, [online]. [Cit. 2018-11-23]. Dostupné z: <https://www.easycomposites.co.uk/#!/resin-gel-silicone-adhesive/filler-powders-and-additives/general-fillers-and-additives/milled-carbon-fibre-powder.html>.
- [45] MENARD, Kevin P a R PRIME. *Dynamic mechanical analysis: a practical introduction*. Boca Raton, FL: CRC Press, c2008, xix, 218 p. ISBN 14-200-5312-4.
- [46] VANÍČEK, J.: *Metody termické analýzy*. Katedra textilních materiálů, TF, TÚ Liberec, [cit. 2013-11-25], dostupný z: <http://www.ft.tul.cz/depart/ktm/?q=cs/materialy>.
- [47] ŠVEJKA, Radim. *DMA Grapher Version 2.2*. Pardubice 2002.
- [48] *Diferenciální skenovací kalorimetrie DSC*, [online]. [Cit. 2018-11-28]. Dostupné z: <https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010367/cwl2js87vLAsPwUA.pdf?redirected>.
- [49] *Medizintechnik – Analysen an dünnen PTFE-Schichten mittels DSC*, [online]. [Cit. 2018-11-28]. Dostupné z: <https://www.laborpraxis.vogel.de/medizintechnik-analysen-an-duennen-ptfe-schichten-mittels-dsc-a-450642/>.

[50] *Diferenciální skenovací kalorimetrie DSC*, [online]. [Cit. 2018-11-30]. Dostupné z: <https://material.karlov.mff.cuni.cz/cs/pristroje/dsc>.

[51] *Termické analýzy*, [online]. [Cit. 2018-12-01]. Dostupné z: [http://ufmi.ft.utb.cz/texty/kzm/KZM\\_06.pdf](http://ufmi.ft.utb.cz/texty/kzm/KZM_06.pdf).

[52] *Analytical & Testing Instruments*, [online]. c2018 [Cit. 2018-12-02]. Dostupné z: [https://www.google.cz/search?biw=1366&bih=626&tbm=isch&sa=1&ei=zvclXIOOHcuiwAL4hY-AAg&q=TMA+metoda+p%C5%99%C3%ADstroj&oq=TMA+metoda+p%C5%99%C3%ADstroj&gs\\_l=img.3...9545.11050..11281...0.0..0.149.766.7j2.....0....1..gws-wiz-img.-JO6aA6rL-U#imgsrc=LoDUklj50VByuM](https://www.google.cz/search?biw=1366&bih=626&tbm=isch&sa=1&ei=zvclXIOOHcuiwAL4hY-AAg&q=TMA+metoda+p%C5%99%C3%ADstroj&oq=TMA+metoda+p%C5%99%C3%ADstroj&gs_l=img.3...9545.11050..11281...0.0..0.149.766.7j2.....0....1..gws-wiz-img.-JO6aA6rL-U#imgsrc=LoDUklj50VByuM).

[53] *Linseis, TMA Platinum Series*, [online]. [Cit. 2018-12-06]. Dostupné z: [file:///C:/Users/J%C3%A1/Downloads/tma\\_pt\\_-\\_product\\_brochure\\_01.pdf](file:///C:/Users/J%C3%A1/Downloads/tma_pt_-_product_brochure_01.pdf).

[54] *Amorfní a krystalické polymery, termické analýzy*, [online]. [Cit. 2018-12-10]. Dostupné z: [https://nanoed.tul.cz/pluginfile.php/9320/mod\\_resource/content/0/9.pdf](https://nanoed.tul.cz/pluginfile.php/9320/mod_resource/content/0/9.pdf).

## Seznam obrázků

Obrázek 1 – Polymer [2] .....	13
Obrázek 2 – Druhy molekulárních řetězců, [2] .....	14
Obrázek 3 – Kovalentní vazba [7].....	16
Obrázek 4 - Van der Waalsova interakce, [10] .....	17
Obrázek 5 - Vodíkový můstek, [11].....	17
Obrázek 6 – Uhlík, [23].....	22
Obrázek 7 - Struktura diamantu, [25].....	23
Obrázek 8 - Struktura grafitu, [28].....	24
Obrázek 9 - Struktura fullerenu, [31] .....	25
Obrázek 10 - Schéma výroby uhlíkových PAN-vláken, [20].....	26
Obrázek 11 – Přejídnové teplotní oblasti polymerů, [34].....	28
Obrázek 12 – Teplotní přejídnovy amorfních polymerů [35].....	28
Obrázek 13 - Zahřívání plynu, [41].....	32
Obrázek 14 - Vznik blesku, výskyt plazmatu, [42] .....	33
Obrázek 15 - Čistá uhlíková vlákna bez plazmatické úpravy .....	35
Obrázek 16 – Oplazmovaná uhlíková vlákna – 80 min. plazmy.....	35
Obrázek 17- Laboratorní nízkotlaký systém LA 400 .....	36
Obrázek 18 – Přístroj DMA. ....	39
Obrázek 19 - Kompozitní materiál v Petriho misce. ....	41
Obrázek 20 - Výstupní graf z přístroje DMA.....	42
Obrázek 21 - Schéma přístroje DSC .....	43
Obrázek 22 - Zalisovaný vzorek připravený k měření na přístroji DSC.....	44
Obrázek 23 - Výstupní graf z přístroje DSC .....	45
Obrázek 24- Přístroj TMA.....	46
Obrázek 25 – Výsledný graf z přístroje TMA.....	47
Obrázek 26 – Průměrné hodnoty komplexního modulu pružnosti naměřené na přístroji DMA z první série).....	50
Obrázek 27 – Průměrné hodnoty ztrátového koeficientu naměřených na přístroji DMA na první sérii vzorků.....	50
Obrázek 28 – Průměrné hodnoty komplexního modulu pružnosti naměřené na přístroji DMA z druhé série. ....	53

Obrázek 29 - Průměrné hodnoty ztrátového koeficientu naměřených na přístroji DMA na druhé sérii vzorků .....	53
Obrázek 30 – Průměrné hodnoty komplexního modulu pružnosti z obou sérií .....	55
Obrázek 31 – Průměrné hodnoty ztrátového koeficientu z obou sérií .....	55
Obrázek 32 - Porovnání hodnot teplot zesklnění a teplot degradace na první sérii vzorků změřených na přístroji DSC. ....	58
Obrázek 33 - Porovnání hodnot teplot zesklnění a teplot degradace na druhé sérii vzorků změřených na přístroji DSC. ....	60
Obrázek 34 – Souhrnné porovnání obou sérií pro teplotu zesklnění a teplotu degradace změřených na přístroji DSC. ....	62
Obrázek 35 – Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti pro první sérii .....	65
Obrázek 36 - Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti druhé série .....	67
Obrázek 37 - Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti pro obě série .....	68
Obrázek 41 - Příloha - Porovnání hodnot teplot zesklnění a degradace z druhé série prvního měření z přístroje DSC.....	85

## Seznam tabulek

Tabulka 1 - Soupis popsanych vzorku.....	37
Tabulka 2 - Data naměřená na přístroji DMA, první série.....	48
Tabulka 3 - Statistické vyhodnocení naměřených dat z první série na přístroji DMA ...	49
Tabulka 4 - Data naměřená na přístroji DMA, druhá série .....	51
Tabulka 5 - Statistické vyhodnocení naměřených dat z druhé série na přístroji DMA...	52
Tabulka 6 - Průměrná data z obou sérií naměřených na přístroji DMA .....	54
Tabulka 7 - Hodnoty naměřené na přístroji DSC u první série vzorků.....	56
Tabulka 8 - Statistické vyhodnocení průměrných hodnot naměřených na přístroji DSC .....	57
Tabulka 9 - Hodnoty naměřené na přístroji DSC u první série vzorků.....	58
Tabulka 10 – Statistické vyhodnocení průměrných hodnot naměřených na přístroji DSC druhé série vzorků .....	59
Tabulka 11 – Průměrné hodnoty z obou sérií z přístroje DSC.....	60
Tabulka 12 - Statistické vyhodnocení průměrných teplot tání a teplot degradace.....	61
Tabulka 13 – Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti pro první sérii vzorků .....	63
Tabulka 14 – Statistické vyhodnocení koeficientů tepelné roztažnosti z první série vzorků .....	64
Tabulka 15 - Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti pro druhou sérii vzorků .....	65
Tabulka 16 - statistické vyhodnocení koeficientů tepelné roztažnosti druhé série .....	66
Tabulka 17 - Průměrné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti pro obě série vzorků .	67
Tabulka 18 - Souhrnná data ze všech metod I., DSC, TMA .....	70
Tabulka 19 – Souhrnná tabulka všech metod II. - DMA .....	70
Tabulka 20 - Příloha - Data z přístroje DMA 1. série .....	82
Tabulka 21 - Příloha - Data z přístroje DMA 2. série .....	83
Tabulka 22 – Příloha - Hodnoty získané z první série prvního měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA. ....	86
Tabulka 23 – Příloha - Hodnoty získané z první série prvního měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA. ....	86
Tabulka 24 – Příloha - Hodnoty získané z první série druhého měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA. ....	87



Tabulka 25 - Příloha - Hodnoty získané z první série druhého měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA. ....	87
Tabulka 26 – Příloha - Hodnoty získané z druhé série prvního měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA. ....	88
Tabulka 27 – Příloha - Hodnoty získané z druhé série prvního měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA. ....	88
Tabulka 28 – Příloha - Hodnoty získané z druhé série druhého měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA. ....	89
Tabulka 29 – Příloha - Hodnoty získané z druhé série prvního měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA. ....	89

## **Přílohy**

### **Seznam příloh**

Tabulka 20 – Příloha – Data z přístroje DMA 1. série

Tabulka 21 - Příloha - Data z přístroje DMA 2. série

Obrázek 38 - Příloha– Porovnání hodnot teplot zesklnění a degradace z první série prvního měření z přístroje DSC

Obrázek 39 – Příloha - Porovnání hodnot teplot zesklnění a degradace z první série druhého měření z přístroje DSC

Obrázek 40 - Příloha - Porovnání hodnot teplot zesklnění a degradace z druhé série prvního měření z přístroje DSC

Obrázek 41 - Příloha - Porovnání hodnot teplot zesklnění a degradace z druhé série prvního měření z přístroje DSC

Tabulka 22 – Příloha - Hodnoty získané z první série prvního měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA.

Tabulka 23 – Příloha - Hodnoty získané z první série prvního měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA.

Tabulka 24 – Příloha - Hodnoty získané z první série druhého měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA.

Tabulka 25 - Příloha - Hodnoty získané z první série druhého měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA.

Tabulka 26 – Příloha - Hodnoty získané z druhé série prvního měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA.

Tabulka 27 – Příloha - Hodnoty získané z druhé série prvního měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA.

Tabulka 28 – Příloha - Hodnoty získané z druhé série druhého měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA.

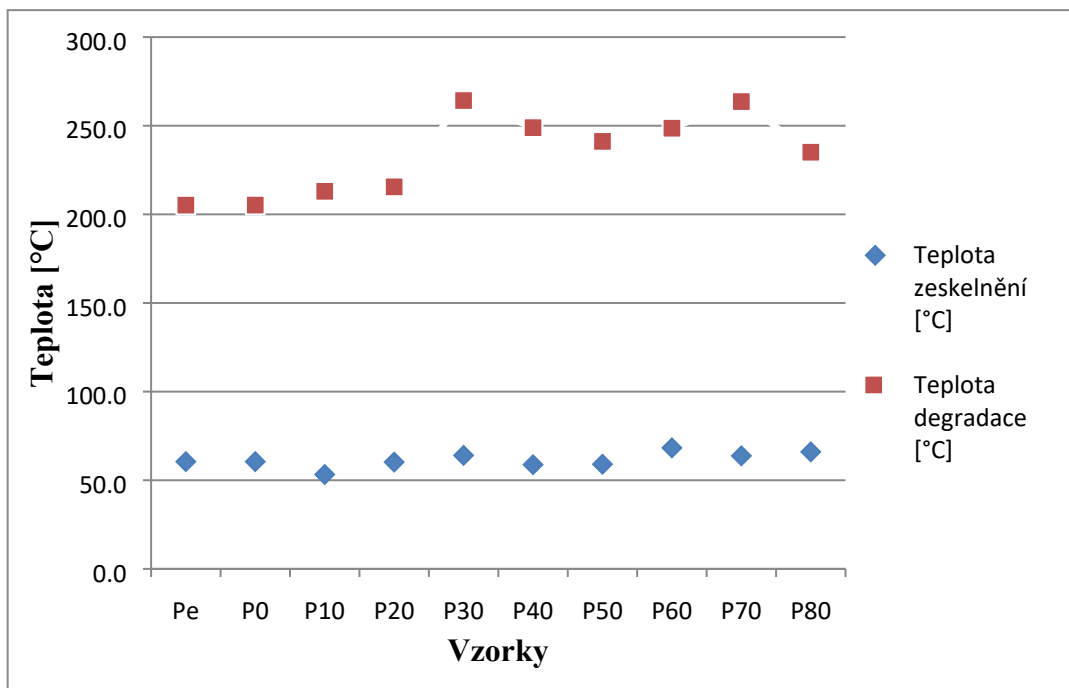
Tabulka 29 - Příloha - Hodnoty získané z druhé série druhého měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA.

Tabulka 20 - Příloha - Data z přístroje DMA 1. série

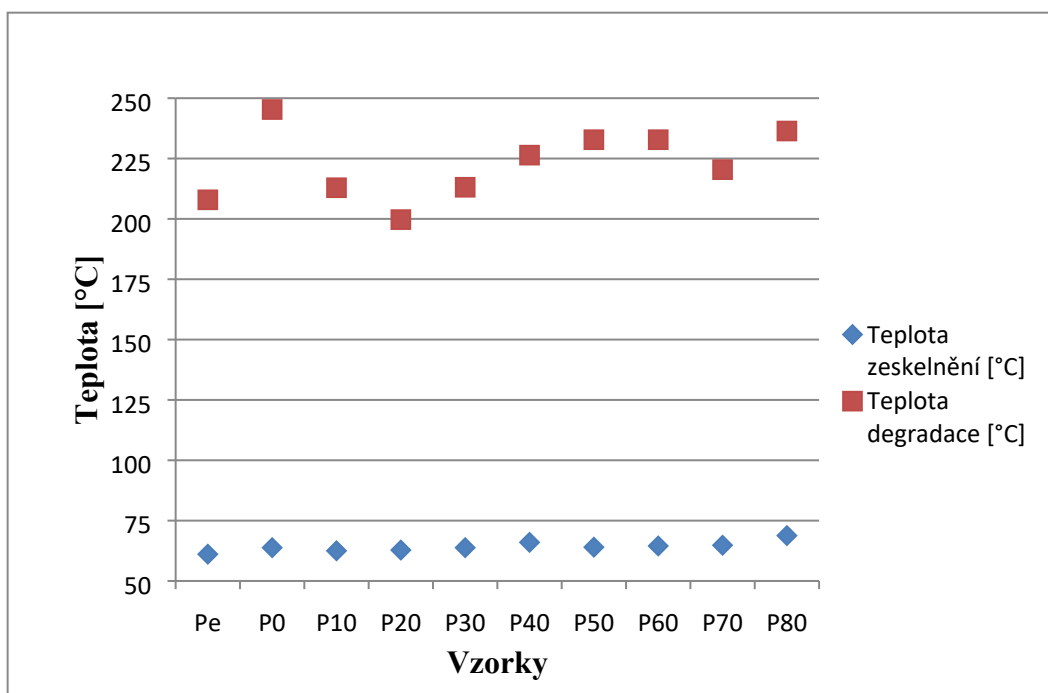
Vzorek		εup [GPa]	εdn [GPa]	Tan δ up	Tan δ dn	Průměr modulu	Průměr úhlu
		Modul pružnosti		Ztrátový koeficient			
		Horní úvrat'	Dolní úvrat'	Horní úvrat'	Dolní úvrat'		
Pe_1	Začátek	2,95	2,86	0,0059	0,0572	2,91	0,0315
	Konec	1,76	1,77	0,2852	0,2114	1,77	0,2483
Pe_2	Začátek	3,22	3,12	0,0225	0,0463	3,17	0,0344
	Konec	1,11	1,13	0,3187	0,2479	1,12	0,2833
Po_1	Začátek	5,22	4,99	0,0138	0,0546	5,11	0,0342
	Konec	2,30	2,27	0,2069	0,1919	2,29	0,1994
Po_2	Začátek	3,65	3,52	0,0171	0,0502	3,59	0,0336
	Konec	1,41	1,42	0,2775	0,2318	1,41	0,2546
P10_1	Začátek	2,98	2,85	0,0140	0,0474	2,92	0,0307
	Konec	1,61	1,58	0,1349	0,1326	1,59	0,1337
P10_2	Začátek	3,37	3,27	0,0237	0,0476	3,32	0,0357
	Konec	1,23	1,22	0,3267	0,2938	1,23	0,3102
P20_1	Začátek	3,49	3,34	0,0180	0,0529	3,42	0,0354
	Konec	1,59	1,57	0,2249	0,2084	1,58	0,2167
P20_2	Začátek	3,27	3,15	0,0192	0,0486	3,21	0,0339
	Konec	1,53	1,51	0,2255	0,2165	1,52	0,2210
P30_1	Začátek	3,68	3,49	0,0124	0,0564	3,59	0,0344
	Konec	1,39	1,38	0,3005	0,2691	1,39	0,2848
P30_2	Začátek	3,54	3,38	0,0151	0,0530	3,46	0,0340
	Konec	1,12	1,12	0,3690	0,3245	1,12	0,3468
P40_1	Začátek	3,36	3,22	0,0214	0,0526	3,29	0,0370
	Konec	1,21	1,19	0,3093	0,2898	1,20	0,2995
P40_2	Začátek	3,65	3,52	0,0197	0,0540	3,59	0,0369
	Konec	1,46	1,45	0,2479	0,2317	1,45	0,2398
P50_1	Začátek	3,88	3,76	0,0191	0,0488	3,82	0,0339
	Konec	1,36	1,35	0,2918	0,2659	1,35	0,2789
P50_2	Začátek	3,91	3,78	0,0249	0,0460	3,85	0,0355
	Konec	1,34	1,34	0,3319	0,2957	1,34	0,3138
P60_1	Začátek	4,03	3,86	0,0194	0,0578	3,94	0,0386
	Konec	1,20	1,19	0,3360	0,3114	1,20	0,3237
P60_2	Začátek	3,72	3,63	0,0263	0,0424	3,67	0,0344
	Konec	1,44	1,43	0,2505	0,2314	1,44	0,2409
P70_1	Začátek	3,63	3,54	0,0258	0,0430	3,58	0,0344
	Konec	1,28	1,28	0,2863	0,2604	1,28	0,2733
P70_2	Začátek	3,32	3,15	0,0097	0,0631	3,24	0,0364
	Konec	1,50	1,48	0,2359	0,2200	1,49	0,2279
P80_1	Začátek	3,62	3,47	0,0260	0,0571	3,54	0,0415
	Konec	1,11	1,10	0,3112	0,2859	1,10	0,2985
P80_2	Začátek	3,29	3,22	0,0273	0,0446	3,26	0,0359
	Konec	1,42	1,40	0,2199	0,2083	1,41	0,2141

Tabulka 21 - Příloha - Data z přístroje DMA 2. série

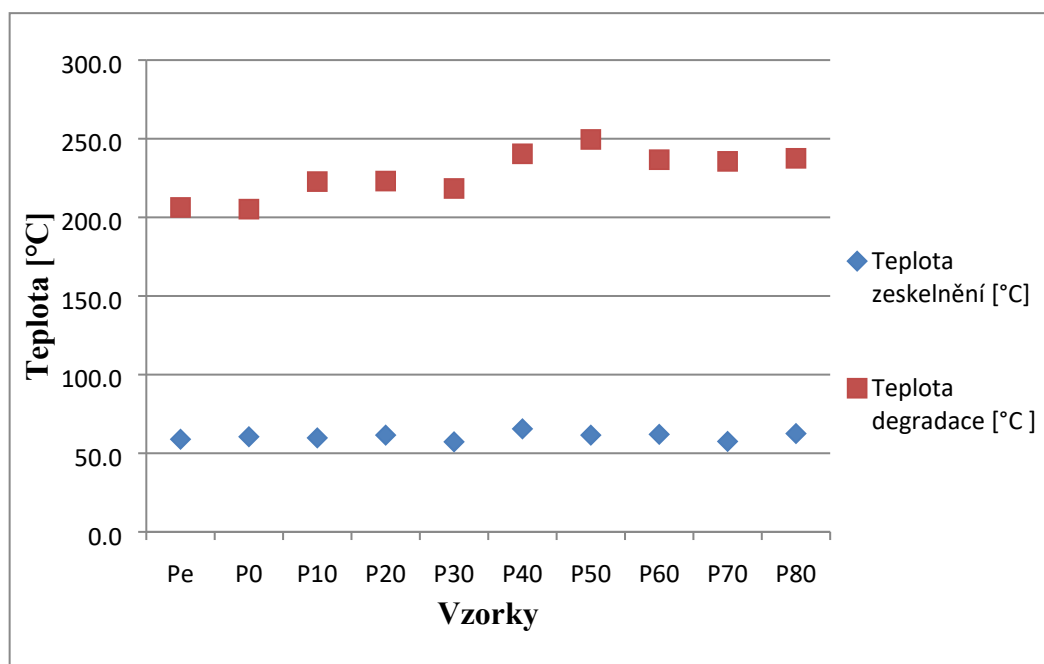
Vzorek		ε <sub>up</sub> [GPa]	ε <sub>dn</sub> [GPa]	Tan δ up	Tan δ dn	Průměr modulu	Průměr úhlu
		Modul pružnosti		Ztrátová koeficient			
		Horní úvrat'	Dolní úvrat'	Horní úvrat'	Dolní úvrat'		
Pe_1	Začátek	3,18	3,11	0,0251	0,0424	3,15	0,0337
	Konec	1,21	1,21	0,2819	0,2236	1,21	0,2528
Pe_2	Začátek	3,66	3,42	0,0295	0,0438	3,54	0,0367
	Konec	1,20	1,10	0,3258	0,3186	1,15	0,3222
Po_1	Začátek	5,22	4,99	0,0138	0,0546	5,11	0,0342
	Konec	2,30	2,27	0,2069	0,1919	2,29	0,1994
P0_2	Začátek	3,65	3,52	0,0171	0,0502	3,59	0,0336
	Konec	1,41	1,42	0,2775	0,2318	1,41	0,2546
P10b_1	Začátek	3,84	3,67	0,0093	0,0554	3,76	0,0323
	Konec	1,89	1,87	0,1980	0,1776	1,88	0,1878
P10b_2	Začátek	3,40	3,33	0,0267	0,0455	3,36	0,0361
	Konec	1,74	1,70	0,2042	0,1916	1,72	0,1979
P20b_1	Začátek	3,17	3,08	0,0255	0,0502	3,12	0,0379
	Konec	1,25	1,25	0,2941	0,2560	1,25	0,2750
P20b_2	Začátek	3,42	3,32	0,0251	0,0450	3,37	0,0350
	Konec	1,56	1,54	0,2355	0,2104	1,55	0,2230
P30b_1	Začátek	3,80	3,63	0,0131	0,0532	3,71	0,0331
	Konec	1,51	1,50	0,2962	0,2605	1,50	0,2784
P30b_2	Začátek	3,65	3,56	0,0288	0,0455	3,60	0,0371
	Konec	1,38	1,39	0,2886	0,2407	1,38	0,2647
P40b_1	Začátek	3,63	3,50	0,0486	0,0482	3,57	0,0484
	Konec	1,48	1,45	0,2689	0,2522	1,46	0,2605
P40b_2	Začátek	3,62	3,50	0,0270	0,0493	3,56	0,0381
	Konec	1,39	1,38	0,2821	0,2550	1,38	0,2685
P50b_1	Začátek	3,78	3,63	0,0181	0,0566	3,70	0,0373
	Konec	1,43	1,43	0,2780	0,2455	1,43	0,2618
P50b_2	Začátek	3,58	3,46	0,0241	0,0501	3,52	0,0371
	Konec	1,39	1,39	0,2677	0,2375	1,39	0,2526
P60b_1	Začátek	3,28	3,15	0,0140	0,0540	3,21	0,0340
	Konec	1,46	1,44	0,2437	0,2229	1,45	0,2333
P60b_2	Začátek	3,92	3,79	0,0155	0,0479	3,86	0,0317
	Konec	1,47	1,46	0,2709	0,2381	1,46	0,2545
P70b_1	Začátek	3,43	3,34	0,0267	0,0419	3,39	0,0343
	Konec	1,27	1,27	0,2866	0,2554	1,27	0,2710
P70b_2	Začátek	3,83	3,72	0,0202	0,0445	3,77	0,0323
	Konec	1,55	1,55	0,2678	0,2289	1,55	0,2484
P80b_1	Začátek	3,65	3,55	0,0219	0,0446	3,60	0,0333
	Konec	1,43	1,42	0,2800	0,2506	1,42	0,2653
P80b_2	Začátek	3,61	3,54	0,0290	0,0448	3,58	0,0369
	Konec	1,3765	1,35	0,2645	0,2519	1,36	0,2582



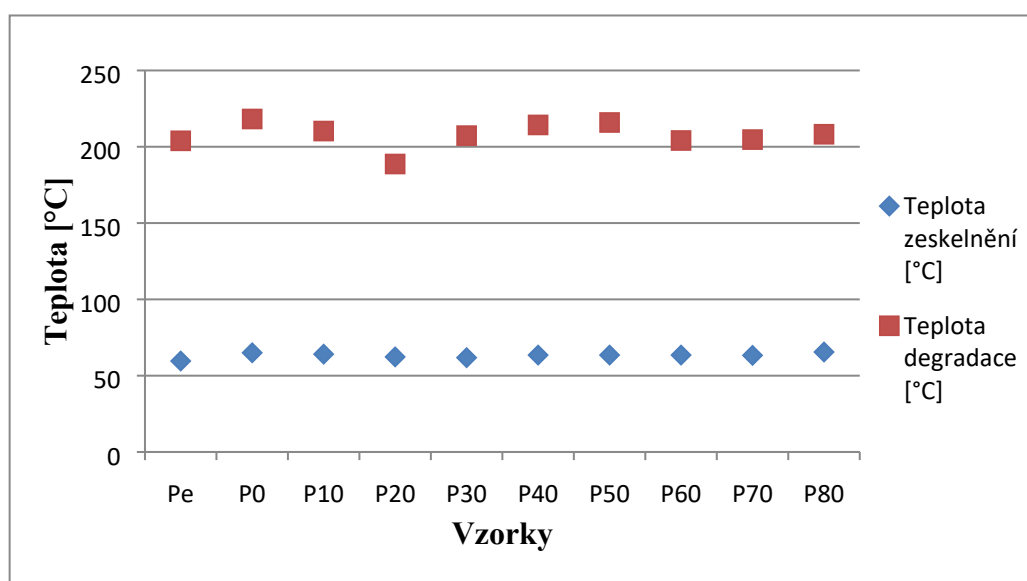
Obrázek 38 - Příloha– Porovnání hodnot teplot zesklenní a degradace z první série prvního měření z přístroje DSC



Obrázek 39 – Příloha - Porovnání hodnot teplot zesklenní a degradace z první série druhého měření z přístroje DSC



Obrázek 40 - Příloha - Porovnání hodnot teplot zesklenní a degradace z druhé série prvního měření z přístroje DSC



Obrázek 38 - Příloha - Porovnání hodnot teplot zesklenní a degradace z druhé série prvního měření z přístroje DSC

Tabulka 22 – Příloha - Hodnoty získané z první série prvního měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA.

	Od začátku do teploty skelného přechodu						
	Počáteční délka	Počáteční teplota	Změna délky	Konečná teplota	Po zahřátí	Změna teploty	Koeficient teplotní roztažnosti
Značení	$l_0$	$t_0$	$\Delta l$	$t_1$	$l$	$\Delta t$	$\lambda$
Jednotky	mm	°C	mm	°C	mm	°C	K <sup>-1</sup>
Pe	3,0080	21,84	0,0029	44,28	3,0051	22,44	-4,31.10 <sup>-5</sup>
P0	3,1439	22,39	0,0019	39,08	3,1420	16,69	- 3,68.10 <sup>-5</sup>
P10	2,6520	21,65	0,0047	48,37	2,6473	26,72	-6,66.10 <sup>-5</sup>
P20	2,8797	22,09	0,0034	49,55	2,8763	27,46	-4,30.10 <sup>-5</sup>
P30	2,1030	21,90	0,0058	50,78	2,0972	28,88	-9,60.10 <sup>-5</sup>
P40	2,2300	24,75	0,0043	49,58	2,2257	24,83	-7,78.10 <sup>-5</sup>
P50	2,9122	21,55	0,0060	49,60	2,9062	28,05	-7,36.10 <sup>-5</sup>
P60	2,3757	21,72	0,0058	49,35	2,3699	27,63	-8,85.10 <sup>-5</sup>
P70	3,0999	21,71	0,0062	50,81	3,0937	29,10	-6,88.10 <sup>-5</sup>
P80	3,0393	21,96	0,0059	50,52	3,0334	28,56	-6,84.10 <sup>-5</sup>

Tabulka 23 – Příloha - Hodnoty získané z první série prvního měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA.

	Celkový koeficient						
	Počáteční délka	Počáteční teplota	Změna délky	Konečná teplota	Po zahřátí	Změna teploty	Koeficient teplotní roztažnosti
Značení	$l_0$	$t_0$	$\Delta l$	$t_2$	$l$	$\Delta t$	$\lambda$
Jednotky	mm	°C	mm	°C	mm	°C	K <sup>-1</sup>
Pe	3,0080	21,84	0,01167	148,21	2,9963	126,37	-3,07.10 <sup>-5</sup>
P0	3,1439	22,39	0,01772	148,04	3,1262	125,65	-4,49.10 <sup>-5</sup>
P10	2,6520	21,65	0,05942	149,00	2,5926	127,35	-1,76.10 <sup>-4</sup>
P20	2,8797	22,09	0,01686	149,02	2,8628	126,93	-4,61.10 <sup>-5</sup>
P30	2,1030	21,90	0,02799	149,00	2,0750	127,10	-1,045.10 <sup>-4</sup>
P40	2,2300	24,75	0,04108	149,05	2,1889	124,30	-1,48.10 <sup>-4</sup>
P50	2,9122	21,55	0,00696	148,84	2,9192	127,29	1,88.10 <sup>-5</sup>
P60	2,3757	21,72	0,03278	148,75	2,3429	127,03	-0,0001086
P70	3,0999	21,71	0,02774	148,70	3,0722	126,99	-7,05.10 <sup>-5</sup>
P80	3,0393	21,96	0,02702	148,68	3,0663	126,72	7,02.10 <sup>-5</sup>

Tabulka 24 – Příloha - Hodnoty získané z první série druhého měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA.

	Od začátku do teploty skleného přechodu						
	Počáteční délka	Počáteční teplota	Změna délky	Konečná teplota	Po zahřátí	Změna teploty	Koeficient teplotní roztažnosti
Značení	$l_0$	$t_0$	$\Delta l$	$t_1$	$l$	$\Delta t$	$\lambda$
Jednotky	mm	°C	mm	°C	mm	°C	K <sup>-1</sup>
Pe	3,1252	21,92	0,00641	52,41	3,11879	30,49	-6,73.10 <sup>-5</sup>
P0	3,0034	21,61	0,00159	36,24	3,00181	14,63	-3,62.10 <sup>-5</sup>
P10	2,5806	21,94	0,00458	47,71	2,57602	25,77	-6,89.10 <sup>-5</sup>
P20	2,9089	22,56	0,00289	39,54	2,90601	16,98	-5,85.10 <sup>-5</sup>
P30	2,5193	22,35	0,00760	41,54	2,5117	19,19	-1,57.10 <sup>-4</sup>
P40	2,3457	21,96	0,00332	45,29	2,34238	23,33	-6,07.10 <sup>-5</sup>
P50	2,9381	21,67	0,00484	44,69	2,93326	23,02	-7,16.10 <sup>-5</sup>
P60	2,4961	21,89	0,00286	43,84	2,49324	21,95	-5,22.10 <sup>-5</sup>
P70	3,0794	21,59	0,00329	43,28	3,07611	21,69	-4,93.10 <sup>-5</sup>
P80	3,2094	21,97	0,00405	44,22	3,20535	22,25	-5,67.10 <sup>-5</sup>

Tabulka 25 - Příloha - Hodnoty získané z první série druhého měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA.

Celkový koeficient							
	Počáteční délka	Počáteční teplota	Změna délky	Konečná teplota	Po zahřátí	Změna teploty	Koeficient teplotní roztažnosti
Značení	$l_0$	$t_0$	$\Delta l$	$t_2$	$l$	$\Delta t$	$\lambda$
Jednotky	mm	°C	mm	°C	mm	°C	K <sup>-1</sup>
Pe	3,1252	21,92	0,03757	148,23	3,08763	126,31	-9,52.10 <sup>-5</sup>
P0	3,0034	21,61	0,02705	148,48	3,03045	126,87	7,10.10 <sup>-5</sup>
P10	2,5806	21,94	0,03256	148,10	2,61316	126,16	1,00.10 <sup>-4</sup>
P20	2,9089	22,56	0,02966	148,70	2,87924	126,14	-8,08.10 <sup>-5</sup>
P30	2,5193	22,35	0,01249	148,70	2,50681	126,35	-3,92.10 <sup>-5</sup>
P40	2,3457	21,96	0,04116	148,29	2,38686	126,33	1,39.10 <sup>-4</sup>
P50	2,9381	21,67	0,03217	148,48	2,90593	126,81	-8,63.10 <sup>-5</sup>
P60	2,4961	21,89	0,01039	148,46	2,50649	126,57	3,29.10 <sup>-5</sup>
P70	3,0794	21,59	0,01451	148,31	3,06489	126,72	-3,72.10 <sup>-5</sup>
P80	3,2094	21,97	0,02710	148,55	3,1823	126,58	-6,67.10 <sup>-5</sup>



Tabulka 26 – Příloha - Hodnoty získané z druhé série prvního měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA.

	Od začátku do teploty skelného přechodu						
	Počáteční délka	Počáteční teplota	Změna délky	Konečná teplota	Po zahřátí	Změna teploty	Koeficient teplotní roztažnosti
Značení	$l_0$	$t_0$	$\Delta l$	$t_1$	$l$	$\Delta t$	$\lambda$
Jednotky	mm	°C	mm	°C	mm	°C	K <sup>-1</sup>
Pe	3,1252	22,67	0,00443	53,49	3,12077	30,82	-4,60.10 <sup>-5</sup>
P0	3,0651	25,09	0,00255	41,58	3,06255	16,49	-5,05.10 <sup>-5</sup>
P10	2,2503	21,57	0,00456	51,83	2,24574	30,26	-6,70.10 <sup>-5</sup>
P20	3,0978	21,98	0,00281	39,78	3,09499	17,80	-5,10.10 <sup>-5</sup>
P30	3,0975	21,98	0,00545	51,23	3,09205	29,25	-6,02.10 <sup>-5</sup>
P40	3,0258	21,57	0,00610	51,87	3,0197	30,30	-6,65.10 <sup>-5</sup>
P50	2,9513	22,00	0,00458	44,30	2,94672	22,30	-6,96.10 <sup>-5</sup>
P60	2,9646	21,72	0,00359	41,65	2,96101	19,93	-6,08.10 <sup>-5</sup>
P70	3,0128	21,96	0,00200	37,31	3,0108	15,35	-4,32.10 <sup>-5</sup>
P80	3,0230	21,63	0,00545	46,57	3,01755	24,94	-7,23.10 <sup>-5</sup>

Tabulka 27 – Příloha - Hodnoty získané z druhé série prvního měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA.

	Celkový koeficient						
	Počáteční délka	Počáteční teplota	Změna délky	Konečná teplota	Po zahřátí	Změna teploty	Koeficient teplotní roztažnosti
Značení	$l_0$	$t_0$	$\Delta l$	$t_2$	$l$	$\Delta t$	$\lambda$
Jednotky	mm	°C	mm	°C	mm	°C	K <sup>-1</sup>
Pe	3,1252	21,92	0,03757	148,23	3,08763	126,31	-9,52.10 <sup>-5</sup>
P0	3,0034	21,61	0,02705	148,48	3,03045	126,87	7,10.10 <sup>-5</sup>
P10	2,5806	21,94	0,03256	148,10	2,61316	126,16	1,00.10 <sup>-4</sup>
P20	2,9089	22,56	0,02966	148,70	2,87924	126,14	-8,08.10 <sup>-5</sup>
P30	2,5193	22,35	0,01249	148,70	2,50681	126,35	-3,92.10 <sup>-5</sup>
P40	2,3457	21,96	0,04116	148,29	2,38686	126,33	1,39.10 <sup>-4</sup>
P50	2,9381	21,67	0,03217	148,48	2,90593	126,81	-8,63.10 <sup>-5</sup>
P60	2,4961	21,89	0,01039	148,46	2,50649	126,57	3,29.10 <sup>-5</sup>
P70	3,0794	21,59	0,01451	148,31	3,06489	126,72	-3,72.10 <sup>-5</sup>
P80	3,2094	21,97	0,02710	148,55	3,1823	126,58	-6,67.10 <sup>-5</sup>

Tabulka 28 – Příloha - Hodnoty získané z druhé série druhého měření od začátku měření do teploty skleného přechodu změřené na přístroji TMA.

Od začátku do teploty skelného přechodu							
	Počáteční délka	Počáteční teplota	Změna délky	Konečná teplota	Po zahřátí	Změna teploty	Koeficient teplotní roztažnosti
Značení	$l_0$	$t_0$	$\Delta l$	$t_1$	$l$	$\Delta t$	$\lambda$
Jednotky	mm	°C	mm	°C	mm	°C	K <sup>-1</sup>
Pe	3,0794	21,94	0,00192	34,58	3,07748	12,64	-4,93.10 <sup>-5</sup>
P0	3,1414	21,86	0,00528	49,52	3,13612	27,66	-6,08.10 <sup>-5</sup>
P10	2,6202	22,16	0,00174	43,71	2,61846	21,55	-3,08.10 <sup>-5</sup>
P20	2,9780	21,44	0,00484	46,76	2,97316	25,32	-6,42.10 <sup>-5</sup>
P30	2,8957	21,56	0,00367	44,09	2,89203	22,53	-5,63.10 <sup>-5</sup>
P40	2,8431	21,51	0,00429	47,27	2,83881	25,76	-5,86.10 <sup>-5</sup>
P50	2,6875	21,81	0,00406	45,56	2,68344	23,75	-6,36.10 <sup>-5</sup>
P60	2,9696	21,78	0,00594	48,71	2,96366	26,93	-7,43.10 <sup>-5</sup>
P70	2,7338	25,19	0,00470	48,33	2,7291	23,14	-7,43.10 <sup>-5</sup>
P80	2,9812	21,64	0,00492	45,95	2,97628	24,31	-6,79.10 <sup>-5</sup>

Tabulka 29 – Příloha - Hodnoty získané z druhé série druhého měření celkového koeficientu tepelné roztažnosti změřené na přístroji TMA.

Celkový koeficient							
	Počáteční délka	Počáteční teplota	Změna délky	Konečná teplota	Po zahřátí	Změna teploty	Koeficient teplotní roztažnosti
Značení	$l_0$	$t_0$	$\Delta l$	$t_2$	$l$	$\Delta t$	$\lambda$
Jednotky	mm	°C	mm	°C	mm	°C	K <sup>-1</sup>
Pe	3,0794	21,94	0,01486	148,93	3,09426	126,99	3,80.10 <sup>-5</sup>
P0	3,1414	21,86	0,00060	148,96	3,14200	127,10	1,50.10 <sup>-5</sup>
P10	2,6202	22,16	0,01921	149,05	2,60099	126,89	-5,78.10 <sup>-5</sup>
P20	2,9780	21,44	0,04079	148,74	2,93721	127,30	-1,08.10 <sup>-4</sup>
P30	2,8957	21,56	0,05337	148,95	2,94907	127,39	1,45.10 <sup>-4</sup>
P40	2,8431	21,51	0,05041	148,81	2,79269	127,30	-1,39.10 <sup>-4</sup>
P50	2,6875	21,81	0,02649	148,78	2,66101	126,97	-7,76.10 <sup>-5</sup>
P60	2,9696	21,78	0,04695	148,55	3,01655	126,77	1,25.10 <sup>-4</sup>
P70	2,7338	25,19	0,01887	148,49	2,71493	123,30	-5,60.10 <sup>-5</sup>
P80	2,9812	21,64	0,00860	148,15	2,9726	126,51	-2,28.10 <sup>-5</sup>